

# UJI KINERJA MEMBRAN NANOFILTRASI ZEOLIT UNTUK MENAPIS NITRAT DAN AMONIUM AIR LIMBAH PRODUKSI TAHU

Nama Mahasiswa : Andriono Sapto Nugroho  
NRP : 3311201208  
Pembimbing : Alia Damayanti, S.T., M.T., Ph.D

## ABSTRAK

Teknologi pengolahan air yang saat ini menjadi perhatian para ilmuwan adalah teknologi membran. Keunggulan teknologi membran terdapat pada pengoperasiannya yang tidak membutuhkan energi terlalu besar. Teknologi membran tidak melibatkan perubahan fase dan tidak perlu menggunakan energi panas, sehingga komponen di dalamnya dapat dipertahankan.

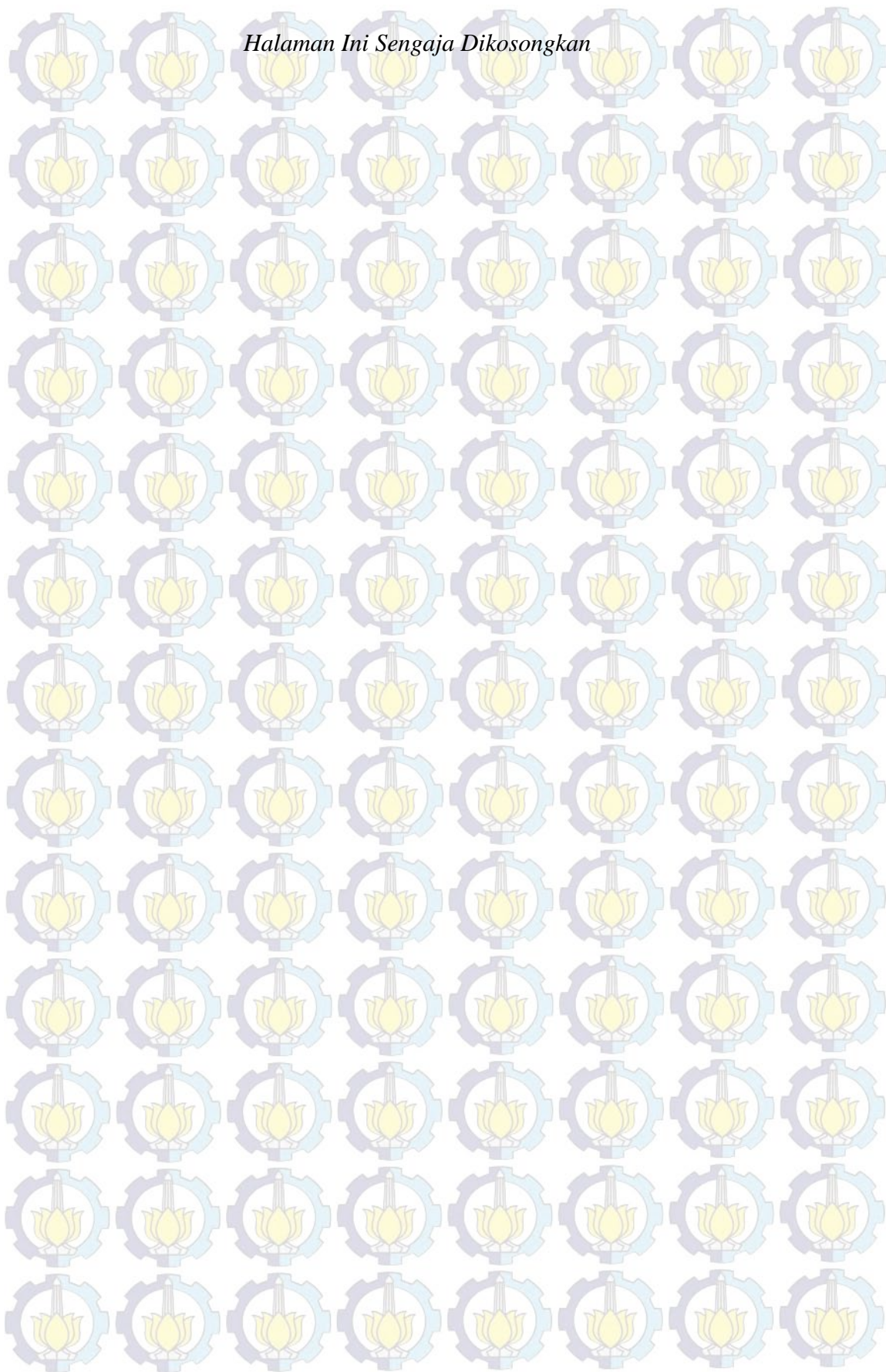
Penelitian ini menggunakan zeolit sebagai membran nanofiltrasi yang memiliki ukuran pori 0,001  $\mu\text{m}$ . Penelitian ini mengharapkan nilai koefisien rejeksi yang tinggi dan nilai fluks yang stabil dalam proses filtrasi yang lebih lama, dengan preparasi membran nanofiltrasi yang optimal. Metode yang digunakan untuk mengurangi dan mengoptimalkan konsentrasi nitrat dan amonium limbah cair tahu adalah dengan membuat ukuran partikel zeolit 40 mesh dan 200 mesh. Durasi proses *centrifuge* selama 10 menit dan 20 menit dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  sebagai porogen serta penambahan lapisan pendukung PEG untuk kekuatan membran. Tujuan dari penelitian ini adalah mengidentifikasi proses sintesis serta karakteristik membran nanofiltrasi dengan bahan baku zeolit alam secara spesifik. Selain itu penelitian ini juga mencari efektifitas kinerja zeolit sebagai membran nanofiltrasi untuk menurunkan kadar nitrat dan amonium.

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa kinerja membran zeolit nanofiltrasi sangat baik dan efektif dalam menapis nitrat dan amonium. Permeabilitas membran zeolit nanofiltrasi tertinggi berada pada ukuran partikel 200 mesh dengan durasi *centrifuge* 10 menit pada 6,67  $\text{L/m}^2\cdot\text{jam}$ . Permeabilitas membran zeolit tertinggi dalam menapis nitrat berada pada ukuran partikel 200 mesh dengan durasi *centrifuge* 10 menit dengan nilai 89,26% pada volume limbah 25%. Sementara itu permeabilitas membran zeolit tertinggi dalam menapis amonium berada pada ukuran partikel 40 mesh dengan durasi *centrifuge* 10 menit dengan nilai 98,18% pada volume limbah 75%.

kata kunci : limbah cair tahu, membran, nanofiltrasi, pengolahan air, zeolit



*Halaman Ini Sengaja Dikosongkan*





# TEST PERFORMANCE OF ZEOLITE NANOFILTRATION MEMBRANES FOR NITRATE AND AMMONIUM FILTRATION IN TOFU WASTEWATER

Student : Andriono Sapto Nugroho  
ID Number : 3311201208  
Supervisor : Alia Damayanti, S.T., M.T., Ph.D.

## ABSTRACT

Water treatment technologies that are currently of concern to the scientists, is a membrane technology. The advantages of membrane technology found in the operation of wastewater treatment that does not require too much energy because it does not involve a phase change energy use and not too hot, so that the components inside can be maintained.

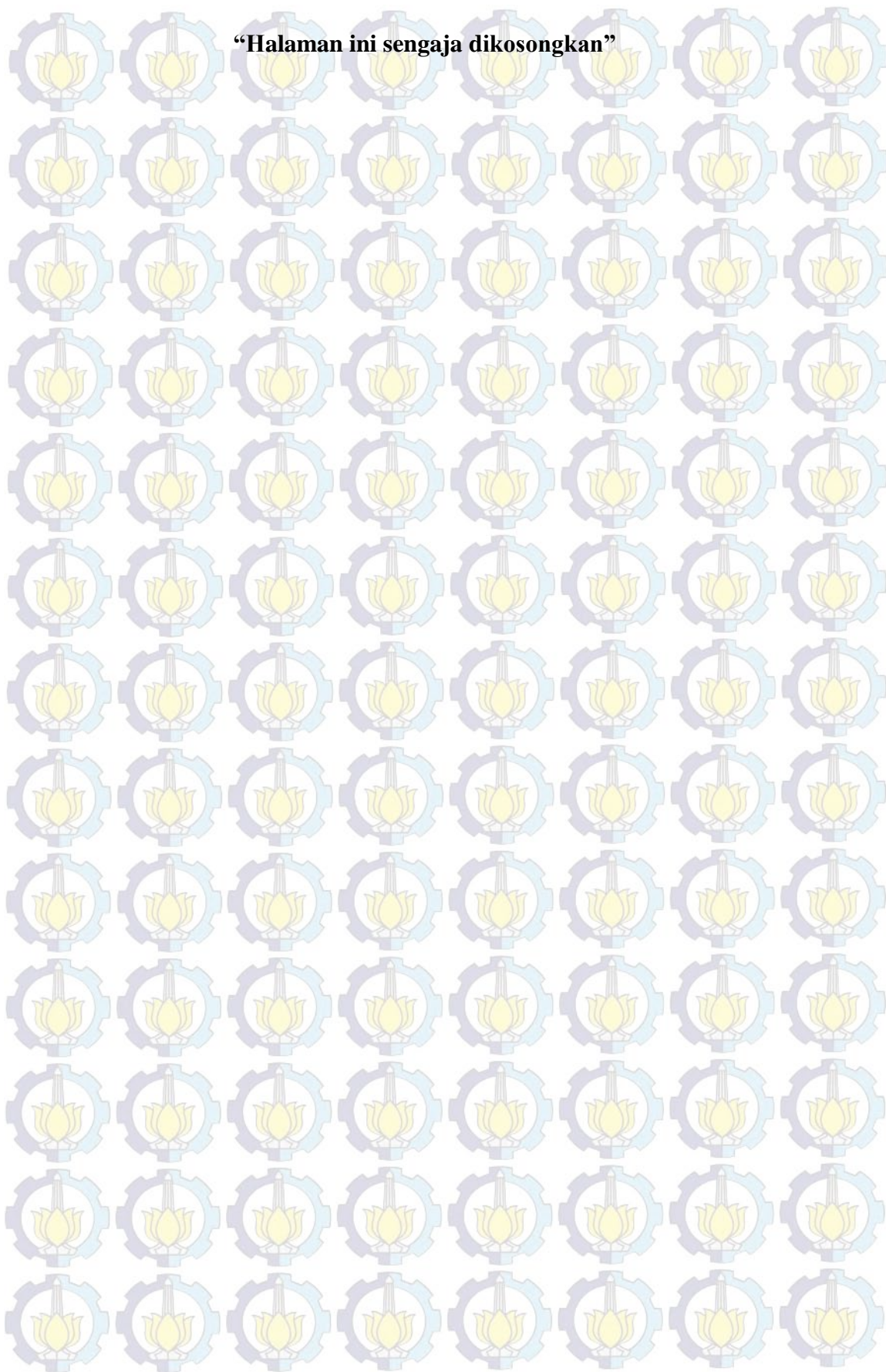
This research used zeolite as a nanofiltration membrane with its pore diameter of  $0,001\ \mu\text{m}$ . This research expects high value of rejection coefficient and stable value of flux on longer filtration process, with optimal preparation of nanofiltration membrane. The method which used in order to reduce and optimize concentration of nitrate and ammonium in tofu wastewater was making zeolite particle size 40 mesh and 20 mesh. Duration of centrifuge process as long as 10 minutes and 20 minutes with addition of  $\text{NH}_4\text{Cl}$  as a porogent and also addition of supporting layer PEG for membrane strength. The aims of this research were identifying synthesis process and also specific characteristics of nanofiltration membrane with raw material of natural zeolite. Furthermore, this research was also finding the effectiveness of zeolite performance as nanofiltration membrane in order to reduce nitrate and ammonium concentrations.

This research result shows that the performance of nanofiltration zeolite membrane is very good and effective in filtrating nitrate and ammonium. The permeability of nanofiltration zeolite membrane has its highest value on 200 mesh particle size with 10 minutes centrifuge duration and  $6.67\ \text{L/m}^2\cdot\text{hour}$ . The zeolite membrane permselectivity in filtrating nitrate has its highest value on 200 mesh particle size with 10 minutes centrifuge duration and 89.26% effectiveness on 25% wastewater volume. While the zeolite membrane permselectivity in filtrating ammonium has its highest value on 40 mesh particle size with 10 minutes centrifuge duration and 98.18% effectiveness on 75% wastewater volume.

keywords : tofu wastewater, membrane, nanofiltration, water treatment, zeolite



**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**



## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Limbah Cair Industri Tahu

##### 2.1.1 Bahan Baku

Proses pembuatan tahu masih banyak yang dilakukan dengan cara tradisional dan membutuhkan tenaga kerja manusia. Bahan baku utama yang digunakan adalah kedelai (*Glycine spp*).

##### 2.1.2 Sumber Limbah Industri Tahu

Limbah industri tahu pada umumnya dibagi menjadi dua bentuk limbah, yaitu limbah padat dan limbah cair. Limbah padat industri pengolahan tahu berupa kotoran hasil pembersihan kedelai (batu, tanah, kulit kedelai, dan benda padat lain yang menempel pada kedelai) dan sisa saringan bubur kedelai yang disebut dengan ampas tahu. Ampas tahu yang terbentuk besarannya berkisar antara 25%-35% dari produk tahu yang dihasilkan. Ampas tahu masih mengandung kadar protein cukup tinggi sehingga masih dapat dimanfaatkan sebagai bahan pakan ternak dan ikan, misalnya ikan bandeng. Salah satu sifat dari ampas tahu ini adalah mempunyai sifat yang cepat basi dan tidak tahan lama serta menimbulkan bau busuk apabila tidak dikelola secepatnya.

**Tabel 2.1** Komposisi Bahan Kimia Ampas Tahu

No	Unsur	Satuan	Nilai
1	Kalori	kal	414.0
2	Protein	gr	26.6
3	Lemak	gr	18.3
4	Karbohidrat	gr	41.3
5	Kalsium	mg	19.0
6	Fosfor	mg	29.0
7	Besi	mg	4.0
8	Vit. B	mg	0.20
9	Air	gr	9.0

Sumber : Kementerian Lingkungan Hidup, 2006



Limbah cair yang dihasilkan oleh industri pembuatan tahu sebagian besar adalah cairan kental yang terpisah dari gumpalan tahu yang disebut dengan air dadih (whey). Cairan ini mengandung kadar protein yang tinggi dan dapat segera terurai. Seperti terlihat pada **Tabel. 2.1**.

### 2.1.3 Karakteristik Limbah Cair Tahu

Limbah cair industri tahu merupakan salah satu sumber pencemaran lingkungan. Karakteristik air buangan yang dihasilkan berbeda karena berasal dari proses yang berbeda. Penelitian yang dilakukan oleh Myrasandri dan Syafila (2011) dalam Puspayana dan Damayanti (2013) menganalisis karakteristik limbah cair tahu pada salah satu industri tahu di Bandung yaitu didapatkan data sebagai berikut:

**Tabel 2.2 Uji Karakteristik Awal Limbah Cair Tahu**

Parameter	Satuan	Nilai	Baku Mutu (*)
pH	-	5,435	6-9
Zat Organik	Mg/L $\text{KMnO}_4$	9.449	-
BOD5	mg/L	6.586	50
COD terlarut	mg/L	8.640	100
NTK	mg $\text{NH}_3\text{-N/L}$	297,5	20*
Ammonium	mg $\text{NH}_3\text{-N/L}$	11,2	1
Nitrat	mg/L	25,355	20
Nitrit	mg/L	0,0313	1
Total Phospat	mg $\text{PO}_4^{3-}\text{ P/L}$	2,0232	5*
Parameter	Satuan	Nilai	Baku Mutu (*)
Alkalinitas Total	Mg/L $\text{CaCO}_3$	860	-
Asiditas	Mg/L $\text{CaCO}_3$	1270	-
VSS	mg/L	150	-
TSS	mg/L	2350	400*

Sumber : (\*) Baku Mutu PP No. 82 Tahun 2001  
Baku Mutu SK Gub. Jatim No. 72 Tahun 2013



Karakteristik buangan industri tahu meliputi dua hal, yaitu karakteristik fisika dan kimia. Karakteristik fisika meliputi padatan total, padatan tersuspensi, suhu, warna, dan bau. Menurut Kaswinarni (2007) karakteristik limbah cair industri tahu antara lain:

1. Temperatur

Suhu buangan industri tahu berasal dari proses pemasakan kedelai. Suhu yang meningkat di lingkungan perairan akan mempengaruhi kehidupan biologis, kelarutan oksigen dan gas lain, kerapatan air, viskositas, serta tegangan permukaan. Suhu limbah cair yang dihasilkan dari proses pencetakan tahu 30°C-35°C dan sekitar 80°C-100°C dari air bekas merebus kedelai.

2. pH

Nilai pH air digunakan untuk mengekspresikan kondisi keasaman (konsentrasi ion hidrogen) air limbah. Skala pH berkisar antara 1-14; kisaran nilai pH 1-7 termasuk kondisi asam, pH 7-14 termasuk kondisi basa, dan pH 7 adalah kondisi netral.

3. TSS (*Total Suspended Solid*)

Padatan-padatan tersuspensi/TSS (*Total Suspended Solid*) digunakan untuk menentukan kepekatan air limbah, efisiensi proses dan beban unit proses. Pengukuran yang bervariasi terhadap konsentrasi residu diperlukan untuk menjamin kemantapan proses kontrol.

4. BOD dan COD

Kebutuhan oksigen dalam air limbah ditunjukkan melalui BOD dan COD. BOD (*Biological Oxygen Demand*) adalah suatu karakteristik yang menunjukkan jumlah oksigen terlarut yang diperlukan oleh mikroorganisme (biasanya bakteri) untuk mengurai atau mendekomposisi bahan organik dalam kondisi aerobik (Metcalf and Eddy, 2003). COD (*Chemical Oxygen Demand*) adalah kebutuhan oksigen dalam proses oksidasi secara kimia. Nilai COD akan selalu lebih besar daripada BOD karena kebanyakan senyawa lebih mudah teroksidasi secara kimia daripada secara biologi.

5. Senyawa-senyawa organik di dalam air buangan tersebut dapat berupa protein, karbohidrat, lemak dan minyak. Senyawa-senyawa berupa protein dan karbohidrat memiliki jumlah yang paling besar yaitu 40%-60% dan 25%-

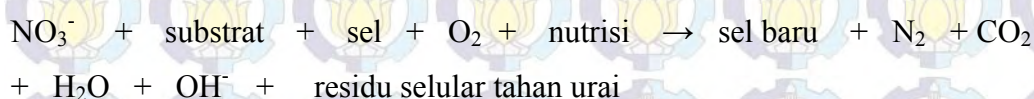
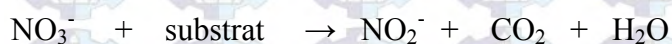


50% sedangkan lemak 10%. Komponen terbesar dari limbah cair tahu yaitu protein (N-total) sebesar 226.06- 434.78 mg/l, sehingga masuknya limbah cair tahu ke lingkungan perairan akan meningkatkan total nitrogen di perairan tersebut.

6. Gas-gas yang biasa ditemukan dalam limbah tahu adalah gas nitrogen ( $N_2$ ), amonia ( $NH_3$ ), Oksigen ( $O_2$ ), hidrogen sulfida ( $H_2S$ ), karbondioksida ( $CO_2$ ) dan metana ( $CH_4$ ). Gas-gas tersebut berasal dari dekomposisi bahan-bahan organik yang terdapat di dalam air buangan.

## 2.2 Denitrifikasi

Denitrifikasi merupakan proses reduksi nitrat menjadi nitrit dan kemudian diubah menjadi gas nitrogen. Proses ini umumnya terjadi dalam keadaan anoksik (tanpa oksigen) namun ada beberapa bakteri yang dapat menguraikan asam nitrat dalam keadaan oksik atau aerob, karena bakteri yang dipakai adalah bakteri aerob, menghabiskan BOD/COD, menghasilkan alkalinitas dan sel baru. Dalam suatu keadaan di mana tanpa pemberian oksigen yang telah larut, maka kegunaan dari oksigen sebagai penerima elektron yang terakhir untuk pernafasan terhambat. Dalam keadaan seperti ini, maka kebanyakan dari mikroorganisme fakultatif harus bertumpu pada fermentasi guna menimbulkan lagi  $NAD^+$ . Bagaimanapun, tentu chemoorganotrops mampu di dalam menempatkan  $O_2$  dengan  $NO_3^-$  sebagai penerima elektron terakhir dan respirasi dapat dilakukan dengan cara mereduksi nitrat ke dalam bentuk nitrit, oksidasi nitrit dan oksidasi nitrous atau nitrogen ditunjukkan pada reaksi :





Di mana produksi akhir asterik ditunjukkan seperti gas diketahui sebagai anaerob atau respirasi nitrat dan dibawa keluar oleh pergantian bakteri tertentu seperti *Alcaligenes*, *Achromobacter*, *Micrococcuss* dan *Pseudomonas*. Tidak semua generasi ini mempunyai kemampuan untuk melengkapi oksidasi ke dalam bentuk nitrogen dan juga berbagi jenis produksi seperti gas tertentu dapat dihasilkan (Salimin dan Rachmadetin, 2000).

### **2.3 Dampak Limbah Cair Tahu**

Herlambang (2002) menjelaskan bahwa pencemaran bahan organik limbah industri tahu dapat menimbulkan gangguan terhadap kehidupan biotik. Turunnya kualitas air di badan air akibat meningkatnya kandungan bahan organik. Aktivitas organisme dapat memecah molekul organik yang kompleks menjadi molekul organik yang sederhana. Bahan anorganik seperti ion fosfat dan nitrat dapat dipakai sebagai makanan oleh tumbuhan yang melakukan fotosintesis. Selama proses metabolisme oksigen banyak dikonsumsi, sehingga apabila bahan organik dalam air sedikit, oksigen yang hilang dari air akan segera diganti oleh oksigen hasil proses fotosintesis dan oleh reaerasi dari udara. Sebaliknya jika konsentrasi beban organik terlalu tinggi, maka akan tercipta kondisi anaerobik yang menghasilkan produk dekomposisi berupa amonia,

karbondioksida, asam asetat, hidrogen sulfida, dan metana. Senyawa-senyawa tersebut sangat toksik bagi sebagian besar hewan air, dan akan menimbulkan gangguan terhadap keindahan (gangguan estetika) yang berupa rasa tidak nyaman dan menimbulkan bau. Limbah cair industri tahu mengandung sejumlah besar karbohidrat, lemak dan protein. Molekul organik yang terdapat dalam limbah cair industri tahu secara garis besar mengalami perombakan terutama karbohidrat, lemak dan protein yang terkandung didalamnya yang dilakukan oleh mikroorganisme pengurai. Bahan organik kompleks berupa karbohidrat, lemak dan protein mula-mula diubah menjadi bentuk persenyawaan yang lebih sederhana glukosa, gliserol, asam lemak dan asam amino. Asam amino yang merupakan hasil dari perombakan protein akan dioksidasi menjadi nitroge amonia ( $\text{NH}_3$ ) dan senyawa karboksil. Senyawa ( $\text{NH}_3$ ) akan dioksidasi lagi menjadi nitrit ( $\text{NO}^{2-}$ ). Apabila oksigen tersedia akan



dioksidasi lagi menjadi nitrat ( $\text{NO}_3^-$ ) (Pelczar dan Chan, 1996). Bahan organik yang terdapat pada limbah cair industri tahu apabila berada dalam konsentrasi tinggi dan langsung dibuang tanpa pengolahan akan menimbulkan pencemaran pada lingkungan perairan (Nurhasan dan Pramudyanto, 1997).

Limbah cair yang dihasilkan mengandung padatan tersuspensi maupun terlarut, akan mengalami perubahan fisika, kimia, dan hayati yang akan menimbulkan gangguan terhadap kesehatan karena menghasilkan zat beracun atau menciptakan media untuk tumbuhnya kuman penyakit atau kuman lainnya yang merugikan baik pada produk tahu sendiri ataupun tubuh manusia. Bila dibiarkan, air limbah akan berubah warnanya menjadi cokelat kehitaman dan berbau busuk. Bau busuk ini mengakibatkan sakit pernapasan. Apabila air limbah ini merembes ke dalam tanah yang dekat dengan sumur maka air sumur itu tidak dapat dimanfaatkan lagi. Apabila limbah ini dialirkan ke sungai maka akan mencemari sungai dan bila masih digunakan akan menimbulkan gangguan kesehatan yang berupa penyakit gatal, diare, kolera, radang usus dan penyakit lainnya, khususnya yang berkaitan dengan air yang kotor dan sanitasi lingkungan yang tidak baik. (Kaswinarni, 2007).

## **2.4 Zeolit**

### **2.4.1 Pengenalan Zeolit**

Pada tahun 1756 seorang ilmuwan mineral, Axel Cornstedt asal Swedia menemukan sejenis mineral yang kemudian diketahui sebagai zeolit dengan tipe *stilbite*. Asal kata *zeolite*, diambil dari bahasa Yunani, “*zeo dan lithos*”, yang berarti batu yang mendidih, karena bila dipanaskan akan membusuk dan mengeluarkan air (Akbar, 2010).

Seiring dengan perkembangan ilmu pengetahuan, mineral zeolit mempunyai kemampuan sebagai adsorben yang dikemukakan oleh Damour seorang peneliti mineral pada tahun 1840 dalam Akbar (2010). Bahwa mineral zeolit dapat terdehidrasi secara reversible tanpa menunjukkan adanya perubahan morfologi. Kemudian pada tahun 1858, Eichorn melakukan pengamatan pada kemampuan zeolit untuk melakukan pertukaran ion (*ion exchange*). Tidak berhenti sampai disitu, Weighel dan Steinhoff pada tahun 1925 dalam Akbar



(2010) melaporkan bahwa chabasite dapat mengadsorpsi secara selektif molekul-molekul senyawa organik berukuran kecil dalam campurannya dengan molekul-molekul besar. Dilanjutkan penemuan McBain pada tahun 1932 dalam Akbar (2010) melakukan uji coba pemanasan mineral zeolit (aktivasi) dan mendapatkan zeolit mampu menyerap molekul-molekul gas dengan ukuran partikel tertentu. Hingga tahun 1977, ditemukan deposit zeolit yang melimpah di USA, Rusia, Jepang, Australia, Kuba dan sebagian Eropa Timur (Dyer, 1988).

#### **2.4.2 Penamaan dan Struktur Zeolit**

Menurut Smith (1984) dalam Akbar (2010), seorang ahli kristalografi berkebangsaan Amerika, zeolit didefinisikan sebagai suatu Kristal alumino silikat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi (framework), mempunyai rongga (cavity), dan saluran (channel) yang mengandung kation logam alkali dan alkali tanah (Na, K, Mg, Ca), serta molekul air.

Sistem penamaan struktur kerangka zeolit didasarkan atas unit primer atau PBU (*Primary Building Unit*) yang selanjutnya bertransformasi membentuk struktur yang lebih kompleks lagi yaitu unit sekunder atau SBU (*Secondary Building Unit*) dan unit periodik atau PBU (*Periodical Building Unit*).

#### **2.4.3 Zeolit Alam**

Zeolit alam merupakan mineral yang tersedimentasi atau ada di alam yang utamanya merupakan persenyawaan aluminosilicates yang membentuk kerangka struktur tiga dimensi antara  $AlO_4$  dan  $SiO_4$  tetrahedral. Zeolit alam merupakan bahan yang cocok dalam fabrikasi membran keramik karena sifatnya yang tidak mudah mengembang dalam air dan mudah membentuk suspensi untuk melapisi membran sebagai support (Dong dkk., 2006). Zeolit alam mempunyai karakteristik yang berbeda dengan membran konvensional yang dibuat dari senyawa-senyawa yang umum digunakan seperti  $Al_2O_3$  atau  $ZrO_2$  dll. Zeolit alam akan membentuk pori-pori antar partikel (*inter- particle active pores*) ketika disintering dalam keadaan kering (Nasir dan Budi, 2010).

Menurut data Pusat Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara (PPTMB) penambangan zeolit alam di Indonesia terus meningkat. Data pada



tahun 2003 menunjukkan produksi mineral zeolit mencapai 60 juta ton. Jumlah tersebut didominasi oleh zeolit dengan jenis klinoptilolit dan mordenit. Lokasi penambangan zeolit tersebar luas di berbagai daerah seperti Bayah-Banten, Cikalong-Tasikmalaya, Cikembar dan Nagung-Bogor, Sukabumi dan Kalianda, Cukuh Bulak, Talang Padang-Lampung dan seterusnya (Akbar, 2010).

## **2.5 Definisi Membran**

Membran adalah lapisan tipis yang dapat digunakan untuk memisahkan komponen yang berbeda berdasarkan sifat permeabilitasnya. Perbedaan sifat permeabilitas inilah yang menunjang proses membran untuk diterapkan di hampir seluruh bidang terutama industri kimia. Pemisahan menjadi aplikasi industri yang utama pada teknologi membran selama 15 tahun terakhir tetapi sebenarnya studi pemisahan telah dimulai jauh sebelum periode itu (Baker, 2004). Penelitian tentang sifat permeabilitas dan fenomena osmosis, pertama kali dipublikasikan oleh Abbe Nolet seorang peneliti berkebangsaan Perancis tahun 1748 (Mulder, 1996). Dengan banyak keunggulan, penggunaan membran juga mempunyai keterbatasan yaitu terjadinya fouling atau porosisasi konsentrasi pada membran, dan jangka hidup membran yang relatif singkat (Mulder, 1996).

Bahan pembuatan membran terdiri dari bahan alami dan bahan sintetis. Bahan alami adalah bahan yang berasal dari alam misalnya pulp dan kapas, sedangkan bahan sintetis dibuat dari bahan kimia, misalnya polimer (Abanmy dan Yoshio, 1992).

Membran berfungsi memisahkan material berdasarkan ukuran dan bentuk molekul, menahan komponen dari umpan yang mempunyai ukuran lebih besar dari pori-pori membran dan melewatkan komponen yang mempunyai ukuran yang lebih kecil. Larutan yang mengandung komponen yang tertahan disebut konsentrat dan larutan yang mengalir disebut permeat. Filtrasi dengan menggunakan membran selain berfungsi sebagai sarana pemisahan juga berfungsi sebagai sarana pemekatan dan pemurnian dari suatu larutan yang dilewatkan pada membran tersebut.

Transportasi pada membran terjadi karena adanya driving force yang dapat berupa konveksi atau difusi dari masing-masing molekul, adanya



tarik menarik antar muatan komponen atau konsentrasi larutan, dan perbedaan suhu atau tekanan (Pabby dkk., 2009).

Menurut Agustina dkk. (2005) teknologi membran memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan proses lain, antara lain:

- Pemisahan dapat dilakukan secara kontinyu.
- Konsumsi energi umumnya relatif lebih rendah.
- Proses membran dapat mudah digabungkan dengan proses pemisahan lainnya. (*hybrid processing*).
- Pemisahan dapat dilakukan dalam kondisi yang mudah diciptakan.
- Mudah dalam *scale up*.
- Tidak perlu adanya bahan tambahan.
- Material membran bervariasi sehingga mudah diadaptasikan pemakaiannya

### **2.5.1 Membran Zeolit**

Zeolit merupakan aluminosilikat kristalin mikro yang memiliki *molecularsized* pori-pori seragam. Mereka mampu memisahkan molekul berdasarkan perbedaan ukuran molekul dan adsorpsi dan sifat difusi zeolitik.

Oleh karena itu juga berlaku sebagai pemisah untuk gas dan campuran fasa cair. Meskipun zeolit pertama sudah dijelaskan pada tahun 1756, zeolit secara komersial tidak digunakan sampai penemuan zeolit sintetis pada awal 1950-an (Ghobarkar dkk., 1999). Saat ini lebih dari 150 kerangka topologi zeolit sintetis tersedia (Baerlocher dkk., 2007) dan baru yang sering ditemukan. Terlepas dari aluminosilikat, juga metallosilicates lain, semua - silika, dan aluminophosphate (Alpo) bahan yang disebut sebagai zeolit, atau zeotypes. Beberapa jenis yang banyak digunakan dalam (petro) industri kimia sebagai katalis, adsorben dan ion - exchanger (Sherman, 1999). Membran zeolitik pertama kali disintesis dalam kisaran tahun 80-an (Caro dkk., 2005) dan, setelah itu, jumlah publikasi pada membran zeolit meningkat secara signifikan hingga tahun 2002, sejak saat itu jumlahnya tetap cukup konstan.

Membran zeolit adalah lapisan zeolit tipis polikristalin diendapkan pada pendukung anorganik berpori. Karena kristalinitas zeolit memiliki ukuran pori yang terdefinisi dengan baik, dan secara kimiawi dan stabil secara termal. Hal ini



membuat mereka cocok untuk pemisahan gas (Bakker dkk., 1997; Van Den Bergh dkk., 2007; Van Den Bergh dkk., 2008) dan reaktor membran (McLeary dkk., 2003; Coronas dan Santamaria, 2004). Membran zeolit menawarkan beberapa keunggulan dibandingkan membran polimer dan membran anorganik lainnya (Bowen dkk., 2004). Zeolit menunjukkan suatu stabilitas kimia meningkat dibandingkan dengan polimer dan silika amorf dan tidak membengkak. Zeolit lebih stabil secara termal, yang memungkinkan kekuatan pendorong signifikan lebih tinggi ( suhu dan tekanan ) dan potensi pemisahan dari reaktor kimia. Karena ukuran pori didefinisikan dengan baik, pengayakan molekul dengan benar dapat dicapai sehingga memiliki selektivitas tinggi. Membran berbasis zeolit dapat dimanfaatkan juga untuk minimisasi limbah dan recovery pelarut (Chau dkk., 2000) . Membran berbasis zeolit juga banyak dimanfaatkan untuk pemisahan gas dari hidrokarbon, dehidrasi pelarut, katalis untuk konversi kimia, remediasi polutan dan untuk produksi air bersih (Cui dkk., 2008).

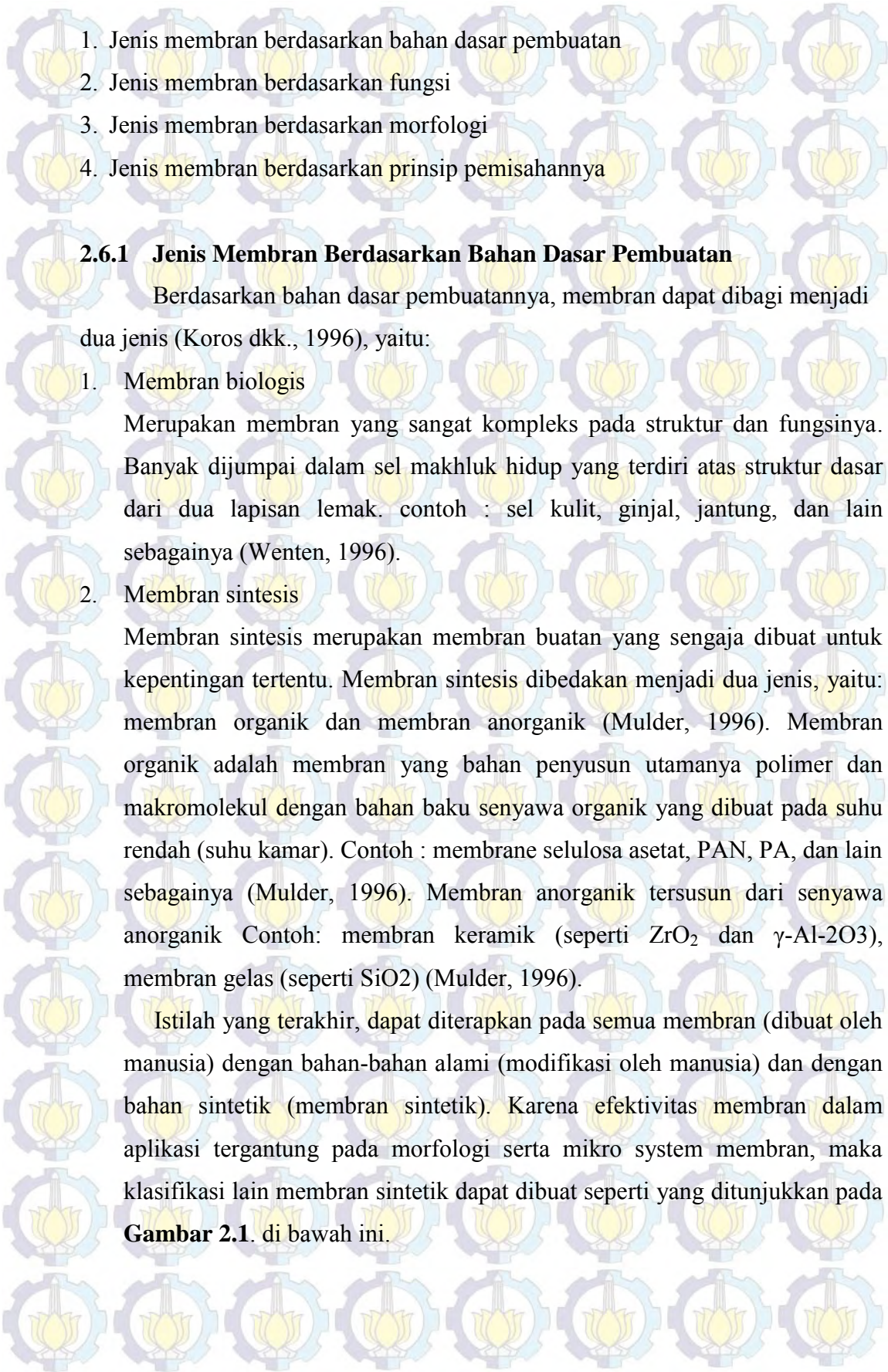
Kombinasi antara zeolit dengan bahan pengikat lainnya telah banyak dilakukan dengan tujuan yang sama yaitu pemisahan gas dan pemisahan air. Soyer dkk. (2009) dalam Akbar ( 2010) melakukan desalinasi air laut menjadi air minum menggunakan membran zeolit. Kemudian Hennepe dkk. (1987) dalam Akbar (2010), menggunakan campuran antara zeolit sebagai medium pemisah dengan karet silikon sebagai bahan pengikatnya (binder). Penggunaan campuran zeolit dengan semen portland sebagai membran mikrofilter juga dilakukan oleh Akbar (2010). Pada tahun 2012, Muliawati telah melakukan pembuatan membran selulosa asetat sebagai membran nanofiltrasi dengan penambahan PEG.

Polimer hidrofilik seperti PEG dalam pembuatan membran, akan memiliki lebih banyak pori , kurang macrovoids, meningkatkan interkoneksi pori (Ghosh dan Hoek, 2008; Chakrabarty dkk., 2008a, Liu dkk, 2003; Chakrabarty dkk., 2008b).

## **2.6 Klasifikasi Membran**

Membran diklasifikasikan menjadi beberapa golongan sebagai berikut:



- 
1. Jenis membran berdasarkan bahan dasar pembuatan
  2. Jenis membran berdasarkan fungsi
  3. Jenis membran berdasarkan morfologi
  4. Jenis membran berdasarkan prinsip pemisahannya

#### **2.6.1 Jenis Membran Berdasarkan Bahan Dasar Pembuatan**

Berdasarkan bahan dasar pembuatannya, membran dapat dibagi menjadi dua jenis (Koros dkk., 1996), yaitu:

1. Membran biologis

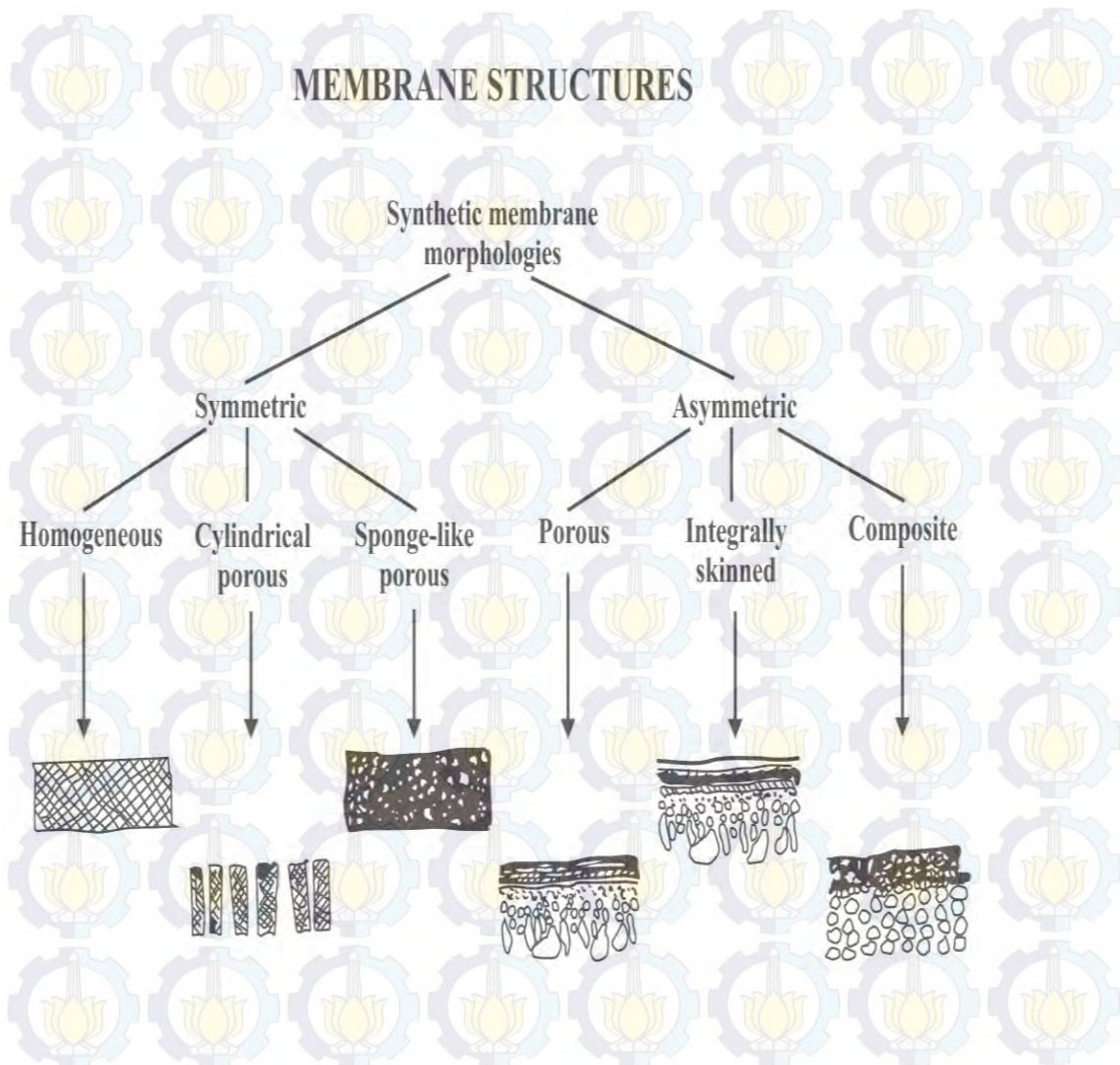
Merupakan membran yang sangat kompleks pada struktur dan fungsinya. Banyak dijumpai dalam sel makhluk hidup yang terdiri atas struktur dasar dari dua lapisan lemak. contoh : sel kulit, ginjal, jantung, dan lain sebagainya (Wenten, 1996).

2. Membran sintesis

Membran sintesis merupakan membran buatan yang sengaja dibuat untuk kepentingan tertentu. Membran sintesis dibedakan menjadi dua jenis, yaitu: membran organik dan membran anorganik (Mulder, 1996). Membran organik adalah membran yang bahan penyusun utamanya polimer dan makromolekul dengan bahan baku senyawa organik yang dibuat pada suhu rendah (suhu kamar). Contoh : membrane selulosa asetat, PAN, PA, dan lain sebagainya (Mulder, 1996). Membran anorganik tersusun dari senyawa anorganik. Contoh: membran keramik (seperti  $ZrO_2$  dan  $\gamma-Al_2O_3$ ), membran gelas (seperti  $SiO_2$ ) (Mulder, 1996).

Istilah yang terakhir, dapat diterapkan pada semua membran (dibuat oleh manusia) dengan bahan-bahan alami (modifikasi oleh manusia) dan dengan bahan sintetik (membran sintetik). Karena efektivitas membran dalam aplikasi tergantung pada morfologi serta mikro system membran, maka klasifikasi lain membran sintetik dapat dibuat seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 2.1.** di bawah ini.





**Gambar 2.1.** Klasifikasi Membran Sintetik (Tavolaro dan Drioli, 1999)

## 2.6.2 Jenis Membran Berdasarkan Fungsi

Berdasarkan fungsinya membran dibagi menjadi 4 jenis yaitu membran mikrofiltrasi, ultrafiltrasi, nanofiltrasi, dan *reverse osmosis* (Mulder, 1996). Berikut ini penjelasan masing-masing membran berdasarkan perbedaan tekanan (gradien tekanan). Ciri-ciri dari masing-masing jenis membran ditunjukkan pada tabel di bawah ini.



**Tabel 2.3. Jenis Membran Berdasarkan Fungsi**

No	Jenis Membran	Ukuran Pori	Tekanan	Fungsi	Fluks*
1	Mikrofiltrasi	0.05-10 $\mu$ m	0.1-2 bar	Memisahkan suspensi dan koloid	>50L/m <sup>2</sup> .jam
		50-500 nm*	0.5-2 bar*	All above dan colloids*	
2	Ultrafiltrasi	0.05-10 nm	1.0-5 bar	Memisahkan makromolekul	10-50 L/m <sup>2</sup> .jam
		5-50 nm*	0.5-10 bar*	All above dan macromolecules*	
3	Nanofiltrasi	< 2 nm	5 - 20 bar	Memisahkan komponen terlarut BM rendah	1.4-12 L/m <sup>2</sup> .jam
		0.6-5 nm*	10-40 bar*	PW dan low molecular solutes*	
4	Reverse Osmosis	< 2 nm	10-100 bar	Memisahkan komponen terlarut BM rendah	0.05 - 1.4 L/m <sup>2</sup> .jam
		< 0.6 nm*	30-70 bar*	Pure water (PW)*	-

Sumber : Mulder, 1996  
\*Sutherland, 2008

#### 2.6.2.1 Mikrofiltrasi

Mikrofiltrasi adalah pemisahan partikel berukuran mikron atau submikron, merupakan suatu proses pemisahan dengan mekanisme penyaringan yaitu memisahkan spesi tertentu dari yang lain berdasarkan ukuran dan digunakan untuk penyaringan udara maupun cair. Karena membran mikrofiltrasi mempunyai pori yang relatif besar, maka ketahanan terhadap tekanan relatif



kecil dan sebagai gaya penggerak cukup digunakan tekanan rendah yaitu kurang dari 2 bar.

#### **2.6.2.2 Ultrafiltrasi**

Ultrafiltrasi (UF) juga memisahkan atau memekatkan larutan yang mengandung koloid dan bahan berberat molekul tinggi. Membran semipermeable dipakai untuk memisahkan makromolekul dari larutan. Tekanan sistem ultrafiltrasi relatif rendah 1-10 bar, sehingga dapat menggunakan pompa sentrifugal biasa. Pada membran ultrafiltrasi biasanya terjadi penurunan permeabilitas karena disebabkan beberapa hal :

1. Zat terlarut teradsorpsi pada permukaan membran dan pori-porinya.
2. Zat terlarut tertahan di dalam pori-pori (*blocking*).
3. Zat terlarut secara mekanik tertahan pada bagian atas membran (saringan).

#### **2.6.2.3 Nanofiltrasi**

Nanofiltrasi merupakan proses khusus yang dipilih ketika proses Reverse Osmosis dan Ultrafiltrasi bukan merupakan pilihan yang tepat untuk operasi separasi. Nanofiltrasi bisa digunakan untuk beberapa jenis pemisahan seperti demineralisasi, penghilangan zat warna, dan desalinasi. Pada larutan yang terdiri dari solute organik, suspended solid, dan ion polyvalen, permeat yang dihasilkan mengandung ionmonovalen dan berupa larutan organik dengan BM rendah seperti alkohol (Baker, 2004). Nanofiltrasi adalah proses yang menggunakan tekanan sebagai *driving force*. Proses separasi didasarkan pada ukuran molekul. Membran yang digunakan dalam proses nanofiltrasi memiliki retensi yang tidak terlalu besar terhadap garam univalent (Dasilva dan Martha, 2007). Nanofiltrasi terutama digunakan untuk menghilangkan ion atau pemisahan cairan yang berbeda.

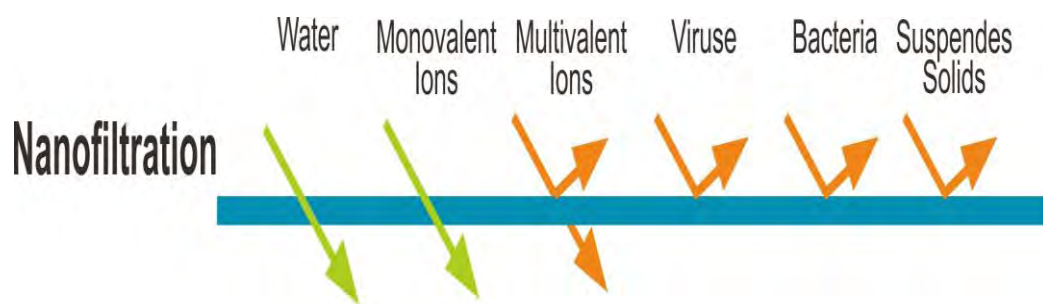
##### **2.6.2.3.1 Prinsip Kerja Nanofiltrasi**

Nanofiltrasi merupakan proses yang terjadi akibat perbedaan tekanan untuk memisahkan solut berukuran lebih besar dari larutan dengan menggunakan membran *semipermeable*. Proses ini dilakukan dengan cara



mengalirkan larutan sepanjang permukaan membran dengan memanfaatkan beda tekanan. Filtrasi membran aliran *crossflow* menggunakan laju alir yang besar untuk meningkatkan laju permeate dan mengurangi kemungkinan terjadinya *fouling*. Partikel solut yang terejeksi (misal: garam terlarut) terpisah bersama dengan arus aliran yang keluar dan tidak terakumulasi di permukaan membran (Norman dkk., 2008). Pori pada membran nanofiltrasi tidak bisa diamati dengan menggunakan mikroskop, walaupun begitu air masih bisa melewati membran sedangkan garam multivalent dan bahan organik dengan BM (Berat Molekul) rendah akan terejeksi.

Membran nanofiltrasi dengan ukuran pori sekitar 0.001  $\mu\text{m}$  memiliki keterbatasan dalam mengolah air baku menjadi air minum. Membran nanofiltrasi hanya dapat memisahkan air dari padatan terlarut, bakteri, virus, ion multivalensi seperti  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  dll yang menyebabkan kesadahan atau molekul yang mempunyai berat molekul dengan rentang 200-5000 dan tidak dapat memisahkan ion monovalensi seperti  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  dll. Hal ini berarti, membran nanofiltrasi hanya dapat mengolah air baku yang berupa air tawar (Ren dan Wang, 2011). Sulit untuk memprediksi performansi dari membran nanofiltrasi, terutama bila terdapat lebih dari tiga macam solut dalam larutan tersebut karena rejeksi membran dipengaruhi oleh ukuran, struktur, dan muatan dari komponen dalam larutan. Akibatnya, proses *piloting* sangat direkomendasikan pada aplikasi nanofiltrasi, apalagi bila hasil analisa air umpan tersedia secara lengkap. Dalam **Gambar 2. 2.** yang akan disajikan di bawah ini terlihat jenis partikel yang lolos dan juga yang terejeksi oleh membran nanofiltrasi.



**Gambar 2.2.** Karakteristik Proses Membran Nanofiltrasi (Wenten, 1996)



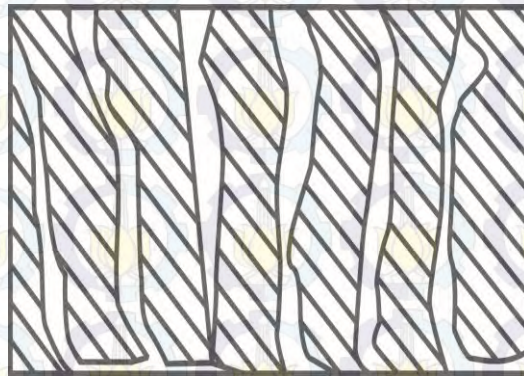
#### 2.6.2.4 Reverse Osmosis

Reverse osmosis adalah proses pemisahan dengan tekanan sebagai daya dorong, menahan semua ion dan meloloskan air. Membran reverse osmosis ini juga rentan adanya *fouling* karena diakibatkan adanya zat-zat dalam air baku, misalnya kerak, pengendapan koloid, oksida logam, organik, silika.

#### 2.6.3 Jenis Membran Berdasarkan Morfologi

Berdasarkan morfologinya membran dapat dibagi menjadi dua jenis, yaitu:

1. Membran simetri adalah membran yang mempunyai ukuran pori-pori yang homogen baik sisi dalam maupun sisi luarnya. Ketebalannya berkisar antara 10-200  $\mu\text{m}$ . Berikut membran simetri disajikan dalam **Gambar 2.3**.



**Gambar 2.3.** Membran Simetri (Mulder, 1996)

2. Membran asimetri adalah membran dengan ukuran pori-pori sisi luar lebih rapat dengan ketebalan antara 0.1 - 0.5  $\mu\text{m}$ , sedangkan ukuran pori sisi dalam lebih renggang dengan ketebalan antara 50-200  $\mu\text{m}$ . Membran asimetri divisualkan pada **Gambar 2. 4**. dibawah ini.

Membran mikrofiltrasi memiliki ukuran pori antara 0.05 dan 10  $\mu\text{m}$  dan dirancang menyaring sel dan memungkinkan protein dan zat terlarut lebih kecil untuk masuk ke dalam filtrat.



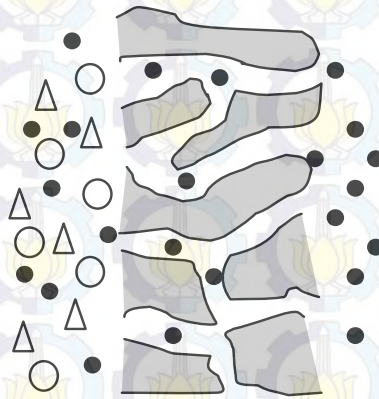


**Gambar 2.4.** Membran Asimetri (Mulder, 1996)

#### 2.6.4 Jenis membran berdasarkan prinsip pemisahannya

Berdasarkan prinsip pemisahannya, membran terbagi menjadi tiga jenis, yaitu :

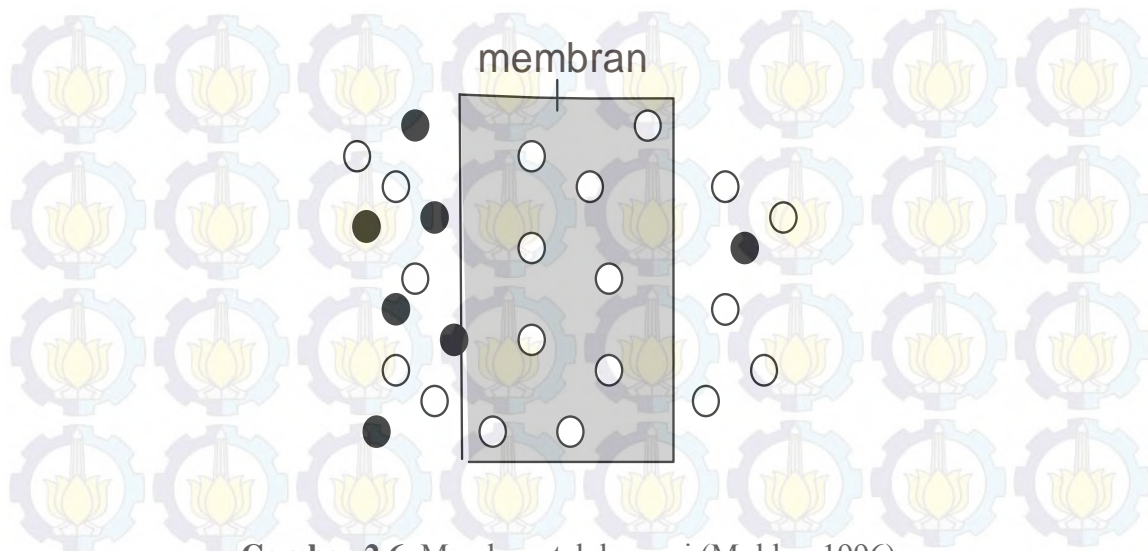
1. Membran berpori adalah membran dengan prinsip pemisahan berdasarkan pada ukuran partikel zat.



**Gambar 2.5.** Membran berpori (Mulder, 1996)

2. Membran tak berpori adalah membran dengan prinsip pemisahan berdasarkan atas perbedaan kelarutan dan kemampuan berdifusi. Serta tingkat selektivitas dan permeabilitasnya ditentukan dari sifat intrinsik bahan polimer membran. Membran ini sering digunakan untuk gas separation dan pervaporasi.





**Gambar 2.6.** Membran tak berpori (Mulder, 1996)

3. Membran cair adalah membran yang prinsip pemisahannya tidak ditentukan oleh membran ataupun bahan pembentuk membran tersebut, tetapi oleh molekul pembawa yang spesifik (Mulder, 1996). Teknik pemisahan dengan membran cair merupakan metode pemisahan dengan selektivitas tinggi untuk pemisahan ion logam maupun senyawa organik atau anorganik (Bargeman dan Smolders, 1986).

## 2.7 Material Membran

Material membran dapat diklasifikasikan menjadi 3 antara lain :

1. Organik (polimer)

Contoh material : polycarbonate, polyamide, dll. Jenis polimer yang dijadikan material membran yaitu :

- Membran berpori (porous membrane)  
Digunakan untuk aplikasi mikrofiltrasi, ultrafiltrasi, nanofiltrasi
- Membran tidak berpori (non-porous membrane)  
Digunakan untuk aplikasi permeasi gas, uap dan pervaporasi

2. Anorganik

Tipe material anorganik membran ada 4 yaitu :

- Membran Keramik



Merupakan kombinasi dari logam (aluminium, titanium, silicium, atau zirkonium dan non-logam (oksida, nitrida, karbida)

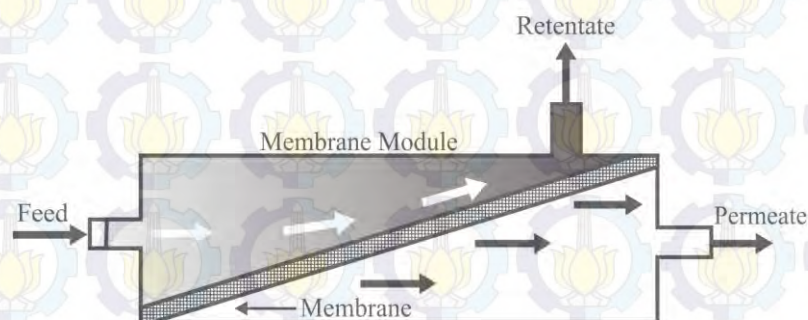
- Membran gelas/kaca  
Berupa silikon oksida/Silika  $\text{SiO}_2$
- Membran logam (termasuk karbon)
- Membran zeolit

### 3. Biologi

Merupakan material membran yang berasal dari makhluk hidup, misalnya lipid (fosfolipid). Struktur membran dari material ini sangat kompleks. Tiap molekul lipid terdapat bagian yang hidrofilik dan hidrofobik (Mulder, 1996).

## 2.8 Teori Pemisahan dengan Membran

Pemisahan dengan membran dilakukan dengan mengalirkan *feed* ke dalam membran kemudian akan terpisah sesuai *driving force* yang digunakan. Proses pemisahan dengan membran menghasilkan dua aliran yaitu permeat dan retentat. *Permeat* merupakan hasil pemisahan yang diinginkan sedangkan retentat merupakan hasil sisa (Pe Xu dkk., 2011; Pabby dkk., 2009). Seperti pada **Gambar 2.7**. di bawah ini.

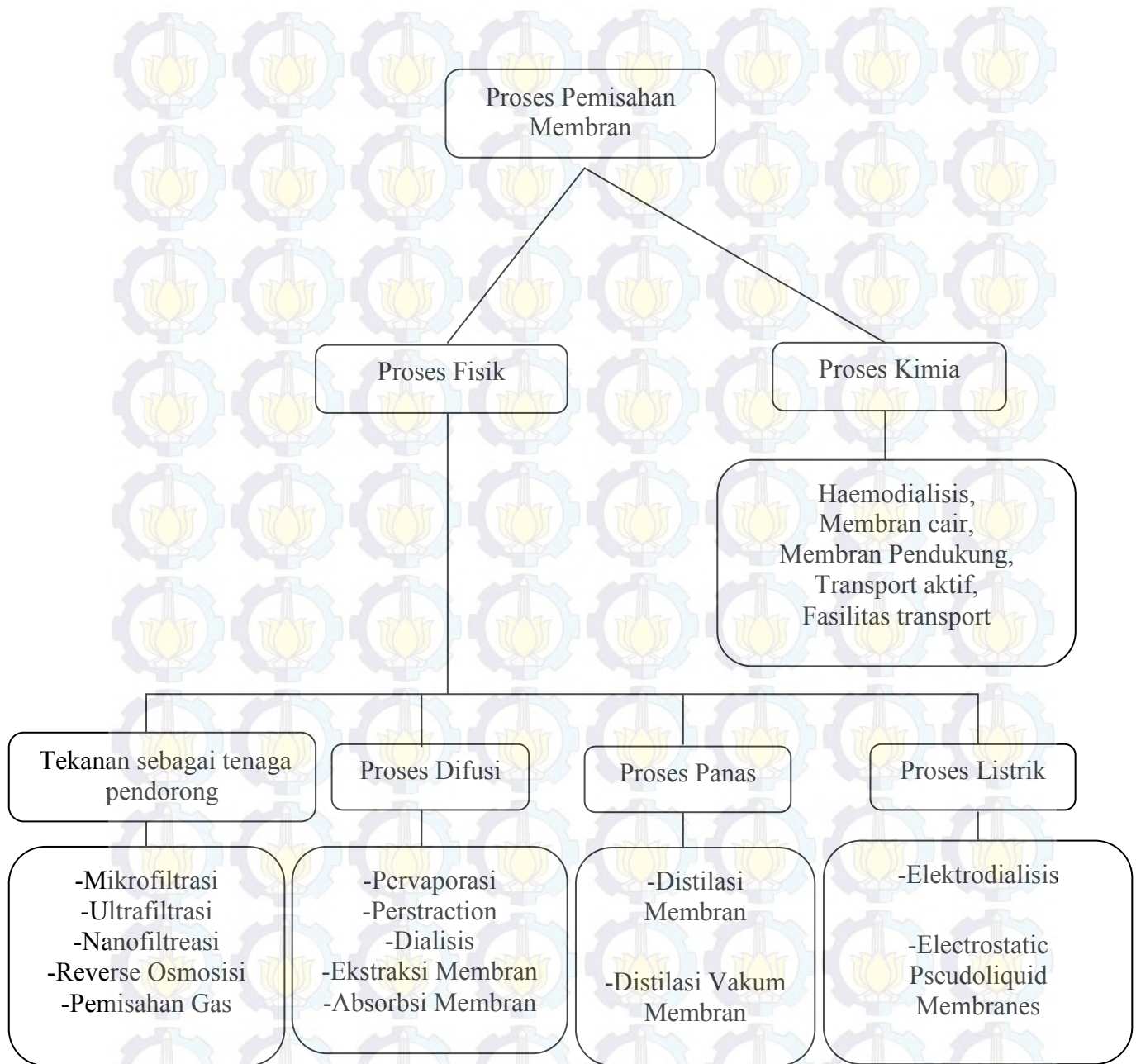


**Gambar 2.7** Skema Pemisahan menggunakan Membran (Pe Xu dkk., 2011; Pabby dkk., 2009)

## 2.9 Kinerja Instalasi Membran

Sebelum kita menginjak pada kinerja membran nanofiltrasi, dapat kita lihat kerangka proses pemisahan membran pada **Gambar 2.8**. di bawah ini :





**Gambar. 2.8** Kerangka Proses Pemisahan pada Membran (Koltuniewicz, 2005)

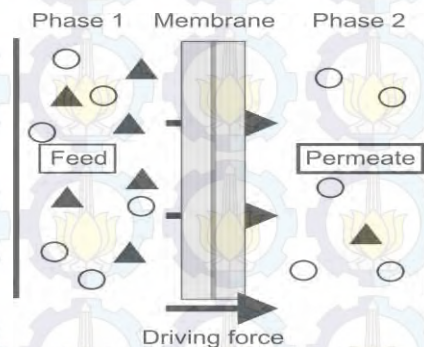
*Driving force* sebagai tenaga pendorong pada pemisahan menggunakan membran terdapat 4 macam. Kinerja (performance) instalasi membran tergantung pada jenis *driving force* yang digunakan (Mulder, 1996) dalam Puspayana dan Damayanti (2013). Macam-macam aplikasi pemisahan dengan membran berdasarkan *driving force* dan kinerja instalasinya antara lain :

1. *Driving force* gradient tekanan ( $\Delta P$ )



Aplikasi penggunaan antara lain : mikrofiltrasi, ultrafiltrasi, nanofiltrasi, reverse osmosis. Kinerja instalasi membran berupa fluks (J) merupakan tingkat dan koefisien rejeksi (R) yang merupakan tingkat permselektivitas.

Besarnya fluks dihitung dari besarnya laju alir yang melewati setiap luas permukaan membran. Semakin besar laju alir permeate dan semakin kecil luas permukaan membran, maka fluks yang dihasilkan semakin besar. Sedangkan rejeksi merupakan ukuran perbandingan konsentrasi permeate dan retentate yang berhasil dipisahkan. Kinerja membran dapat dilihat pada **Gambar 2. 8.** berikut:



**Gambar 2.9.** Skema proses membran (Pe Xu dkk., 2011; Mulder, 1996)

## 2. *Driving force* gradien Konsentrasi ( $\Delta C$ )

Aplikasi penggunaan : pervaporasi, permeasi gas, permeasi uap, dialisis, dialisis–difusi. Selektivitas ( $\alpha$ ) pada pemisahan campuran gas dapat dihitung dengan persamaan berikut (Cao dkk., 2002) :

$$\alpha_{A/B} = \frac{Y_A / Y_B}{X_A / X_B} \quad (1)$$

Dimana A dan B merupakan komponen-komponen yang terdapat pada campuran yang akan dipisahkan sedangkan X dan Y merupakan fraksi mol umpan dan permeate. Sedangkan selektifitas dan permeabilitas pada pemisahan gas murni dapat dihitung dengan persamaan :

$$\alpha_{A/B} = \frac{(P/L)_A}{(P/L)_B} \quad (2)$$



$$(P/L) = \frac{Q_p}{A_m \cdot \Delta P} \quad (3)$$

Dimana :

$J_v$  = volume fluks (liter/m<sup>2</sup>.sec)

$Q_p$  = laju alir permeate (liter/sec atau cm<sup>3</sup>/sec)

$A_m$  = luas permukaan membran (m<sup>2</sup> atau cm<sup>2</sup>)

$\alpha_{A/B}$  = selektivitas zat A terhadap zat B

$(P/L)$  = permeabilitas (1bGPU = 1×10<sup>-6</sup> cm<sup>3</sup>(STP)/(cm<sup>2</sup>s cmHg))

$\Delta P$  = beda tekanan (cmHg)

### 3. *Driving force gradient Temperature* ( $\Delta T$ )

Aplikasi penggunaan : thermo-osmosis, distilasi membran. Kinerja instalasi berupa fluks (J) dan selektivitas ( $\alpha$ ).

### 4. *Driving force gradien Potensial Listrik* ( $\Delta E$ )

Aplikasi penggunaan : elektrodialisis, elektro-osmosis, membran-elektrolisis. Kinerja instalasi berupa fluks (J) dan selektivitas ( $\alpha$ ).

## 2.10 Karakterisasi Membran

Kriteria yang penting dalam menentukan kinerja membran dapat dilihat dari parameter fluks (permeabilitas), rejeksi (permselektivitas), ketebalan, morfologi dan sifat mekanik membran (Mulder, 1996).

### 2.10.1 Permeabilitas Membran

Kriteria penting dalam menentukan kinerja membran sebagai alat pemisah adalah fluks dan rejeksi (Radimandan Suendo, 2002). Permeabilitas atau fluks yang mengalir melalui membran didefinisikan dengan jumlah volume permeat yang melewati membran per satuan luas permukaan per satuan waktu. Harga fluks menunjukkan kecepatan alir permeat saat melewati membran. harga fluks ini sangat tergantung pada jumlah dan ukuran pori-pori membran.

$$J = \frac{V}{A \times t} \quad (4)$$



J = Fluks ( $\text{L/m}^2 \cdot \text{jam}$ )

V = Volum permeat (L)

A = Luas permukaan membran ( $\text{m}^2$ )

t = Waktu (jam)

Laju fluks akan menurun sejalan dengan waktu pengoperasian akibat pengendapan atau pelekatan material dipermukaan membran, yang dikenal dengan istilah *fouling* dan *scaling*. *Fouling* dapat didefinisikan sebagai proses terbentuknya lapisan oleh material yang tidak diinginkan pada permukaan membran. Secara teknis, *scaling* didefinisikan sebagai akumulasi kerak (*scale*) akibat adanya peningkatan konsentrasi dari materi anorganik yang melewati hasil kali kelarutannya pada permukaan membran dan menyebabkan penurunan kinerja membran. Sehingga definisi *fouling* sudah termasuk *scaling*. Dalam penggunaannya, istilah *fouling* lebih banyak pada materi biologis dan koloid, sedangkan istilah *scaling* digunakan untuk pengendapan garam atau mineral anorganik. Terjadinya *fouling* diawali dengan adanya polarisasi konsentrasi yaitu peningkatan konsentrasi lokal dari suatu solut pada permukaan membran, sehingga material terlarut berkumpul membentuk lapisan gel yang semakin lama menebal. Pada polarisasi konsentrasi ini, fluks mengalami penurunan karena adanya peningkatan pada tahapan hidrodinamik pada lapisan batas dan kenaikan tekanan osmotik lokal. Selain polarisasi konsentrasi, penurunan fluks dapat terjadi akibat pengaruh dari adsorpsi, pembentukan lapisan gel (*gel layer formation*) dan penyumbatan pada pori. Dampak langsung yang dapat diamati dan cukup signifikan yang menandai terjadinya *fouling* ini adalah menurunnya kinerja membran (fluks permeat menurun seiring waktu), seperti yang terlihat pada **Gambar 2.10**.



**Gambar. 2.10.** Nilai Fluks permeat seiring waktu



### 2.10.2 Permselektivitas Membran

Permselektivitas atau efisiensi pemisahan adalah kemampuan membran untuk meloloskan spesi tertentu dan menahan spesi yang lain (Mulder, 1996). Permselektivitas biasanya dinyatakan dengan rejeksi (R%) yang menunjukkan harga fraksi konsentrasi zat terlarut yang tertahan atau tidak menembus oleh membran. Koefisien rejeksi dapat dirumuskan sebagai berikut (Mulder, 1996; Anderson dkk., 1997):

$$R\% = \left(1 - \frac{C_p}{C_f}\right) \times 100 \quad (5)$$

dimana:

R = Koefisien rejeksi (%)

$C_p$  = Konsentrasi zat terlarut dalam permeat

$C_f$  = Konsentrasi zat terlarut dalam umpan

Penentuan nilai rejeksi membran berkaitan dengan porositas membran.

Porositas merupakan perbandingan ukuran pori dengan luasan membran. Semakin kecil ukuran membran, maka porositas yang dihasilkan akan semakin tinggi dan sebaliknya. Jika rejeksi membran menunjukkan 100% berarti membran mengalami rejeksi sempurna dan sebaliknya jika nilainya 0%, menunjukkan larutan dan zat terlarut melewati membran dengan bebas (Mulder, 1996).

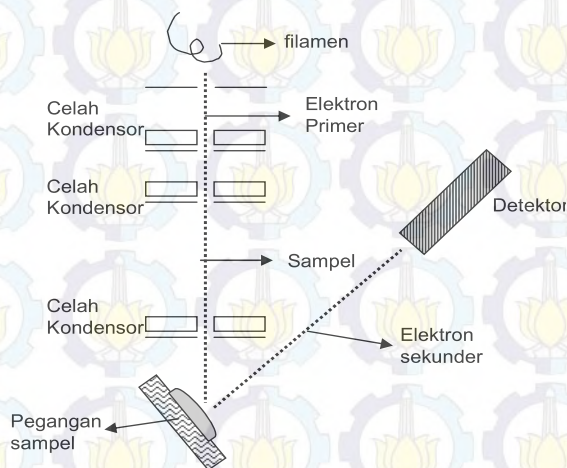
### 2.10.3 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Salah satu cara untuk mengetahui morfologi membran adalah dengan uji SEM. Dengan uji ini dapat diketahui struktur permukaan dan penampang melintang suatu polimer menggunakan mikroskop elektron. Selain itu, SEM juga dapat mengetahui distribusi pori, geometri pori, ukuran pori dan porositas pada permukaan (Mulder, 1996). Prinsip kerja SEM dimulai dengan berkas elektron primer dengan energi kinetik 1-25 kV mengenai sampel membran. Setelah mengenai membran elektron tersebut direfleksikan atau dipancarkan. Elektron yang direfleksikan ini disebut dengan elektron sekunder yang akan muncul dan



menentukan image yang teramati pada layar micrograph pada alat SEM (Mulder, 1996).

Ketika berkas elektron dikenakan pada suatu membran, maka ada kemungkinan membran tersebut akan terbakar atau rusak. Kerusakan ini dipengaruhi oleh jenis membran dan kecepatan berkas elektron yang diberikan. Kemungkinan akan terjadinya kerusakan ini dapat dicegah dengan melapisi sampel membran dengan lapisan konduksi, biasanya digunakan lapisan emas. Kerusakan struktur membran juga bisa terjadi pada saat pengeringan membran. Adapun metode yang biasa digunakan untuk mencegah kerusakan struktur ini adalah dengan menggunakan cryo-unit atau mengganti air membran dengan cairan yang mempunyai tegangan permukaan lebih kecil dari air pada saat pengeringan. Beberapa contoh cairan yang biasa digunakan adalah etanol, butanol, pentana dan heksana (Mulder, 1996). Skema kerja SEM ditunjukkan pada **Gambar 2.11** di bawah ini.



**Gambar 2.11.** Skema kerja SEM (Mulder, 1996)

#### 2.10.4 Ketebalan membran

Pengukuran ketebalan membran sangat berguna baik bagi pemakai maupun pembuat membran karena secara tidak langsung ketebalan membran sebagai indikator keseragaman dan kontrol kualitas membran. Pengukuran ketebalan membran dapat digunakan alat mikrometer, dan diukur secara acak kemudian dihitung ketebalan rata-ratanya (Mulder, 1996).



### 2.10.5 Uji Tarik

Uji tarik merupakan salah satu pengujian sifat fisik yang melibatkan deformasi material di bawah tekanan tertentu. Terdapat beberapa besaran fisika yang digunakan untuk menentukan sifat fisik material yaitu tegangan (stress), regangan (strain), dan Modulus Young. Ketiga besaran ini diperoleh dengan melakukan uji tarik terhadap material yang akan diukur.

Tegangan (stress) adalah besarnya gaya (F) yang diberikan pada material yang diuji persatuan luas material (A) (Lando and Maron, 1974). Hubungan antara besarnya gaya yang diberikan dengan besarnya tegangan ditunjukkan pada persamaan :

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (6)$$

Regangan (strain) adalah perbandingan mula-mula akibat suatu gaya dengan arah sejajar perubahan panjang tersebut (Lando and Maron, 1974). Hubungan antara regangan dengan perubahan panjang ditunjukkan pada persamaan :

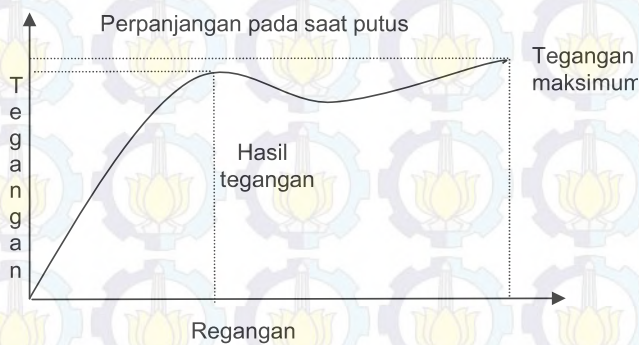
$$\Delta \epsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (7)$$

Modulus Young (E) adalah kemiringan dari kurva tegangan-regangan sebelum tercapai hasil tegangan (Lando and Maron, 1974). Persamaannya adalah sebagai berikut :

$$E = \frac{\sigma}{\Delta \epsilon} \quad (8)$$

Kemiringan kurva tegangan-regangan untuk mendapatkan Modulus Young ditunjukkan pada **Gambar 2.12** di bawah ini.





**Gambar 2.12** Kurva tegangan-regangan (Mulder, 1996)

## 2.11 Spektrofotometer Serapan Atom (SAA)

Metode analisis spektrofotometer serapan atom adalah salah satu metode analisis kimia yang dilakukan berdasarkan analisis pengukuran besaran sifat fisik yang timbul atau berubah akibat adanya interaksi materi dengan berbagai bentuk energi panas, radiasi, kimia dan listrik.

### 2.11.1 Prinsip Kerja SAA

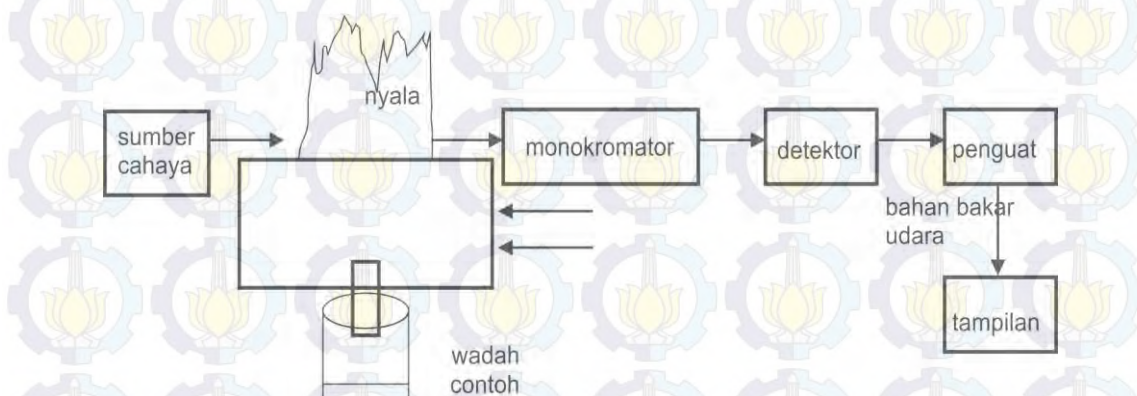
Larutan cuplikan diambil melalui kapiler dan disempurnakan sebagai kabut halus dalam nyala api yang berbentuk memanjang. Setelah cuplikan dalam kabut halus mengalami berbagai proses dalam nyala api, maka akhirnya unsur logam yang dianalisis timbul sebagai atom-atom netral yang masih dalam keadaan dasarnya. Atom-atom itu kemudian disinari dengan panjang gelombang tertentu sehingga terjadi absorpsi sinar oleh atom logam. Absorpsi berbanding lurus dengan konsentrasi unsur logam yang akan dianalisis. Absorpsi sinar oleh atom-atom logam terjadi di dalam nyala api. Sumber energi berupa lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp*). Sedangkan nyala pembakar berguna untuk mengaktifkan atom logam sebelum menyerap energi (Akbar, 2010).

### 2.11.2 Skema Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SAA)

Alat SAA merupakan gabungan dari beberapa instrumen utama seperti sumber sinar, atomisasi, dan spektrofotometer (terdiri dari monokrometer, detektor, rekorder) yang dirangkai sedemikian rupa hingga dapat digunakan



sebagai analisis kadar logam. Berikut ini merupakan gambar diagram alir prinsip kerja alat Spektrofotometri Serapan Atom (SAA) di bawah ini.



**Gambar 2.13** Diagram Sistem kerja alat Spektrofotometri Serapan Atom (SAA)

a. Sumber Sinar

Sumber sinar yang digunakan untuk pengukuran secara spektrofotometri serapan atom adalah *Hollow Chatode Lamp* dan setiap pengukuran logam harus menggunakan *hollow chatode* khusus. *Hollow chatode* akan memancarkan energi radiasi yang sesuai dengan energi yang diperlukan untuk transisi elektron atom. *Hollow chatode* lamp terdiri dari tungsten (bermuatan positif) dan katoda silinder (bermuatan negatif). Kedua elektroda tersebut berada di dalam sebuah tabung gelas yang berisi gas neon (Ne) atau gas Argon (Ar) dengan tekanan 1-5 torr.

b. Sistem Pengatoman

Pada sistem pengatoman unsur yang akan dianalisis diubah bentuknya dari bentuk ion menjadi atom bebas. Proses ini juga dikendalikan oleh nebulizer, dimana uap larutan diberi panas (suhu) tinggi sehingga terjadi proses atomisasi.

c. Monokromator

Monokromator berfungsi untuk meneruskan panjang gelombang emisi dari lampu katoda berongga yang diabsorpsi paling kuat oleh atom-atom di dalam



nyala api (panjang gelombang maksimum) dan menahan garis-garis emisi lain dari lampu katoda berongga yang tidak digunakan dalam analisis.

d. Detektor

Detektor berfungsi mengubah energi sinar menjadi energi listrik. Energi yang dihasilkan akan mengeluarkan angka digital, maupun menampilkan angka pada layar monitor.

e. Sistem Pembacaan

Sistem pembacaan pada SAA sangat bervariasi dan tergantung pada keperluan. Untuk analisis raksa maupun pengatoman dengan tungku grafik yang diperlukan adalah terutama sistem pembacaan rekorder atau monitor komputer. Dimana cuplikan telah diubah menjadi larutannya (pada umumnya pelarut digunakan adalah aquadest berkualitas tinggi).

Menurut Asminar dkk. (2008), hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi unsur logam yang dianalisis dinyatakan dengan Hukum Lambert-Beer sebagai berikut :

$$A = \log \frac{I_0}{I} \quad (9)$$

$$A = a \cdot b \cdot c \quad (10)$$

Dimana ,

$I_0$  = Transmittansi awal (candela)

$a$  = koefisien serapan radiasi ( $L.M^{-1}.cm^{-1}$ )

$I$  = Transmittansi (candela)

$b$  = panjang medium yang dilewati radiasi resonansi (cm)

$A$  = Absorbansi

$c$  = konsentrasi atom tingkat tenaga dasar ( $mol.L^{-1}$ )



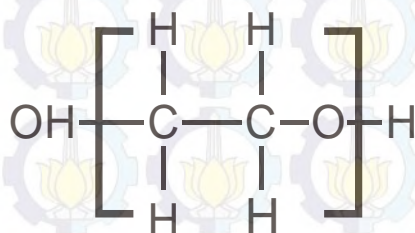
## 2.12 Bahan aditif pada polimer

Bahan aditif pada polimer yaitu bahan yang ditambahkan pada polimer untuk meningkatkan kemampuan pemrosesan dan mengubah kualitas dan sifat produk polimer. Bahan aditif yang banyak ditambahkan pada polimer dapat berfungsi sebagai zat penstabil (*stabilizer*), zat pemlastis (*plasticizer*), zat pengisi (*filler*), dan zat-zat lain seperti zat warna, akselerator, zat penahan nyala (Billmeyer, 1962).

Pada pembuatan membran bahan aditif yang ditambahkan kepada polimer untuk menambah fleksibilitas dan workabilitynya yaitu sifat mekanik dan kinerja membran yang optimal. Pada penelitian ini menggunakan bahan Poli etilen glikol (PEG).

PEG adalah molekul sederhana dengan struktur molekul linier atau bercabang, polieter netral, sesuai dengan beberapa variasi bobot molekul, dan larut dalam air dan beberapa pelarut organik. PEG dengan bobot molekul dibawah 700 berbentuk cair pada suhu ruang, sedangkan PEG dengan bobot molekul 700-900 berbentuk semi solid dan PEG dengan bobot molekul 900-1000 atau lebih berbentuk padat pada suhu ruang. Bobot molekul kurang dari 1000, PEG bersifat kental, cairan tak berwarna. Sedangkan bobot molekul yang lebih tinggi dari 1000 bersifat lilin dan berbentuk padatan putih (Harris, 1992). Sementara menurut Su (2009) PEG adalah senyawa *biocompatible*, *highly hydrophilic* dan *anti fouling*.

PEG dibuat secara komersial melalui reaksi etilen oksida dengan air atau etilen glikol dengan sejumlah kecil katalis natrium klorida. Jumlah dari etilen glikol menentukan berat molekul PEG yang dihasilkan. Rumus molekul PEG dapat dilihat pada Gambar di bawah ini.



**Gambar 2.14.** Rumus molekul polietilen glikol  
([id.wikipedia.org/wiki/Polietilen\\_glikol](https://id.wikipedia.org/wiki/Polietilen_glikol))



PEG larut dalam air dan beberapa pelarut organik meliputi toluene, metil klorida, etanol dan aseton. PEG tidak larut dalam heksana dan hidrokarbon alifatik yang serupa, dietil eter serta etilen glikol. Kelarutan ini banyak digunakan untuk sintesis turunan PEG mulai reaksi dengan menggunakan pelarut organik seperti toluen, dan pemisahan produk dilakukan dengan menambahkan bahan yang tidak larut seperti heksan atau etil eter (Harris, 1992).

### 2.13 *Fouling*

Dalam pengolahan limbah dengan menggunakan membran, fluks permeat mungkin mengalami penurunan. Penolakan ini mungkin disebabkan karena polarisasi konsentrasi atau fouling (Ashaghi dkk., 2007). Ada dua jenis membran *fouling* secara umum yaitu :

1. *Fouling reversible*, adalah hasil dari penyimpanan partikel koloid atau zat terlarut di dalam permukaan membran atau pori-pori membran. *Backwash* dengan air murni mungkin bisa digunakan untuk membalikkan deklinasi fluks pada *fouling reversible*.
2. *Fouling irreversible* adalah hasil dari penyerapan kimia maupun fisik yang kuat terhadap partikel dan zat terlarut pada permukaan membran dan pori-pori membran. Satu-satunya metode untuk memulihkan deklinasi fluks oleh *fouling irreversible* adalah mencuci dengan larutan asam atau alkali. Namun, dengan metode pembersihan secara agresif mungkin tidak dapat memulihkan permeabilitas membran seperti sedia kala (Li, 2006).

Membran *Fouling* mungkin disebabkan oleh *biofouling*, *scaling*, organik *fouling*, organik *fouling* (Ashaghi dkk., 2007) dan Maguire-Boyle dan Barron, 2011) antara lain :

1. Kontaminasi mikroba dari air yang dapat menghasilkan biofilm pada permukaan membran, sehingga dapat menurunkan permeasi air melalui membran (*Biofouling*).
2. Garam dapat memicu pada permukaan membran (*scaling*).



3. Pelapisan permukaan atau menyumbat pori-pori pada lapisan pendukung dengan hidrokarbon (organik *fouling*).
4. Akumulasi tanah liat dan silika pada permukaan membran menyebabkan koloid *fouling*.

Identifikasi pada mekanisme *fouling* belum jelas, karena pengukuran/pengamatan pada proses skala laboratorium tidak dapat benar-benar menggambarkan atau menjelaskan fenomena pada skala pilot atau proses membran skala penuh (Chon dkk., 2012). Banyak aliran umpan yang diproses menggunakan membra, memiliki partikel dengan ukuran nanometer untuk micrometer yang dapat mengakibatkan *fouling* oleh karena itu masalah tersebut tidak dapat dihentikan (Abbasi dkk., 2012).

Strategi yang berbeda dan dapat dimanfaatkan untuk mengurangi efek *fouling* (Lee and Frankiewicz, 2005) :

1. Minyak, padatan, dan gel dapat dikurangi dengan menggunakan beberapa proses pre-treatment
2. Menjaga kecepatan *cross-flow* yang tinggi.
3. Siklus pembersihan dapat dimanfaatkan.
4. *Backwash* atau mencuci arus balik dan dapat digunakan.
5. Beroperasi pada suhu yang lebih tinggi.

Penambahan desinfektan dan agen anti *scaling* dapat mengontrol terjadinya *fouling* (Ashaghi dkk., 2007). Hal yang penting dalam mengendalikan fluks adalah kecepatan *cross-flow*, tekanan meningkat maka kenaikan fluks akan linier. Satu dari parameter yang paling penting dalam mengendalikan fluks adalah kecepatan *cross-flow*. Dengan kecepatan *cross-flow* 3 m/s dan dilaporkan sebagai kecepatan normal, proses di atas dapat mengurangi tingkat *fouling*, namun pemanfaatan tekanan yang lebih tinggi membutuhkan lebih banyak energy dan tekanan yang sangat tinggi (akibat kecepatan tinggi dapat menyebabkan *fouling* yang parah atau pematatan membran (Ashaghi, 2007).

## **2.14 Teknik Pembuatan Membran**

Semua jenis material sintetis yang berbeda dapat digunakan untuk pembuatan membran. Material yang digunakan bisa berupa anorganik seperti



logam, keramik, gelas atau organik mencakup semua polimer. Tujuannya adalah untuk memodifikasi material melalui teknik yang cocok untuk memperoleh struktur membran dengan morfologi yang cocok untuk pemisahan yang spesifik. Tidak setiap masalah pemisahan bisa diselesaikan dengan semua jenis material. Sejumlah teknik tersedia untuk pembuatan membran sintetik. Beberapa teknik ada yang bisa digunakan untuk membuat membran baik anorganik maupun organik. Teknik pembuatan yang paling penting diantaranya (Mulder, 1996) dalam Damayanti (2013) :

1. *Sintering*

Bahan membran yang digunakan adalah bubuk yang memiliki ukuran partikel tertentu. Bubuk tersebut ditekan dan dipanaskan pada suhu yang tinggi, sehingga antar muka partikel yang berdekatan akan menghilang dan timbul pori-pori. Metode ini digunakan untuk menghasilkan membran mikrofiltrasi organik dan anorganik yang berpori, dengan ukuran pori antara 0.1-10  $\mu\text{m}$

2. *Stretching*

Pada metode ini membran yang terbuat dari polimer semikristalin ditarik searah dengan arah ekstrusi, sehingga bagian kristalin dari polimer terletak sejajar dengan arah ekstrusi. Porositas membran dihasilkan dengan metode ini lebih banyak dibandingkan dengan metode *sintering*. Pori yang terbentuk berukuran 0.1-3  $\mu\text{m}$ .

3. *Track-etching*

Metode ini dikenal dengan metode litografi. Membran dari polimer ditembak dengan partikel radiasi berenergi tinggi pada arah tegak lurus terhadap membran. Partikel radiasi akan membentuk lintasan pada matriks membran. Pada saat membran dimasukkan kedalam bak asam atau basa, maka membran polimer akan terbentuk sepanjang lintasan. Pori yang dihasilkan berukuran seragam (simetri) dan distribusi pori sempit (porositas pori yang diperoleh berkisar antara 0.02-10  $\mu\text{m}$ ).

4. *Template leaching*

Teknik ini dilakukan dengan melepas salah satu komponen membran, sehingga dihasilkan membran berpori. Sebagai contoh leburan homogeny



dari komponen system ( $\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ ) didinginkan dan system akan memisah menjadi dua fasa. Fasa pertama adalah fasa yang tidak larut dan mengandung  $\text{SiO}_2$ , sedangkan fasa kedua adalah fasa yang larut. Fasa kedua ini dilepas dengan penambahan asam atau basa. Ukuran pori yang dihasilkan bervariasi dengan ukuran minimum sekitar 5 nm.

#### 5. *Coating*

Polimer membran yang rapat akan menghasilkan nilai fluks yang rendah. Untuk meningkatkan laju fluks, maka ketebalan membran harus diperkecil dengan membentuk membran komposit. Membran komposit terdiri atas dua material yang sangat selektif diletakkan dibagian atas membran. Selektivitas membran akan ditentukan oleh lapisan atas ini. Sedangkan pada lapisan bawahnya dilapisi dengan material berpori besar. *coating* dapat dilakukan dengan cara *dip coating*, polimerisasi plasma, polimerisasi antar muka, dan polimerisasi *in situ*.

#### 6. *Phase Inversion* (inversa fasa)

Inversa fasa adalah proses transformasi polimer dari fasa cair ke fasa padat dengan kondisi terkendali. Proses pengendapan diinisiasi oleh keadaan dari satu cairan menjadi dua cairan yang saling campur (*liquid-liquid demixing*). Campuran salah satu fasa cair yang mengandung polimer berkonsentrasi tinggi akan memadat dan membentuk matriks sehingga morfologi membran dapat diatur. Keunggulan adalah proses yang sederhana, skala produksi yang fleksibel, serta mampu menghasilkan membrane dengan tingkat porositas yang lebih tinggi.

### 2.14.1 Pencucian Membran

Pencucian membran dapat didefinisikan sebagai proses dimana material dihilangkan dari zat-zat yang bukan bagian dari material tersebut. Pencucian membran merupakan usaha agar permukaan aktif tetap bersih dan proses yang sangat penting dalam mewujudkan operasi membran yang efisien serta menjamin tingkat kemurnian produk (Wenten, 1995).

Metode-metode untuk pencucian membran setelah terbentuknya *fouling* didasari pada metode diantaranya secara hidrolis dan penggunaan bahan kimia.



Metode yang digunakan bergantung pada proses pemisahan dan konfigurasi modulnya. Pencucian membran secara hidrolis dilakukan dengan pembilasan balik (*backflushing*) dari *permeate* melalui membran. Pencucian membran menggunakan bahan kimia merupakan metode yang sangat penting dan secara luas digunakan untuk mengendalikan *fouling* pada proses pemisahan menggunakan membran.

Teknik-teknik untuk penghilangan (pembersihan) endapan dari membran yang mengalami *fouling* diantaranya secara kimia (menggunakan bahan kimia), secara mekanis (osmosis langsung, pembilasan) dan kombinasi secara mekanis dan menggunakan pembersih membran yang diformulasikan khusus. Pencucian membran menyebabkan bahan kimia bereaksi dengan endapan, kerak, produk korosi dan *foulant* yang lainnya. Bahan kimianya dapat diklasifikasikan sebagai asam, alkali dan produk yang diformulasikan (Pinem, 2010).

Membran yang terkotori menyebabkan berkurangnya kecepatan fluks dan efisiensi operasi. *Fouling* akan menyebabkan shutdown yang tidak teratur, waktu operasi hilang dan menyebabkan penggantian membran. Proses pencucian membran didasari oleh dua tipe operasi yaitu:

1. Operasi pembilasan yang menghilangkan lapisan tipis cair atau partikel yang menempel pada permukaan. Pada *pre-rinsing* (pembilasan awal) terjadi penghilangan bahan biologis, sedangkan pembilasan lainnya menitik beratkan pada residu pencuci (deterjen, desinfektan).
2. Operasi pencucian yang menghilangkan pengotor yang menempel kuat pada permukaan. Teknik untuk menghilangkan endapan dapat dilakukan secara kimia (penggunaan bahan kimia), mekanikal (osmosis langsung, *flushing*, dan *spongeball*, air sparging dan lain lain) serta kombinasi antara mekanikal, ultrasonik dan pencucian kimia, namun yang paling sering digunakan adalah pencucian kimia khususnya menggunakan membran terformulasi (Wenten, 1995).

Menurut Wenten (1995) tiga macam bahan pencuci yang sering digunakan dalam menghilangkan endapan dari membran adalah sebagai berikut:

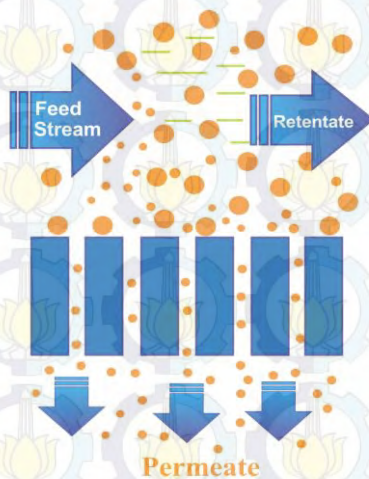
- a) Bahan basa dan bahan asam, yang terdiri dari *dissolution*, *peptizing*, dan bahan yang mempunyai sifat mendispersi kotoran tapi menyebabkan korosi.



- b) Bahan aktif permukaan (*surface active agent*) yaitu bahan yang menambahkan sifat pembasahan dari larutan, mengurangi tegangan permukaan dan mempunyai efek mengemulsi dan mendispersi kotoran.
- c) Bahan pengelat (*chelating agent*) yaitu bahan yang mampu meredeposisi.

### 2.15 Jenis Aliran Umpan dalam Pengoperasian Membran

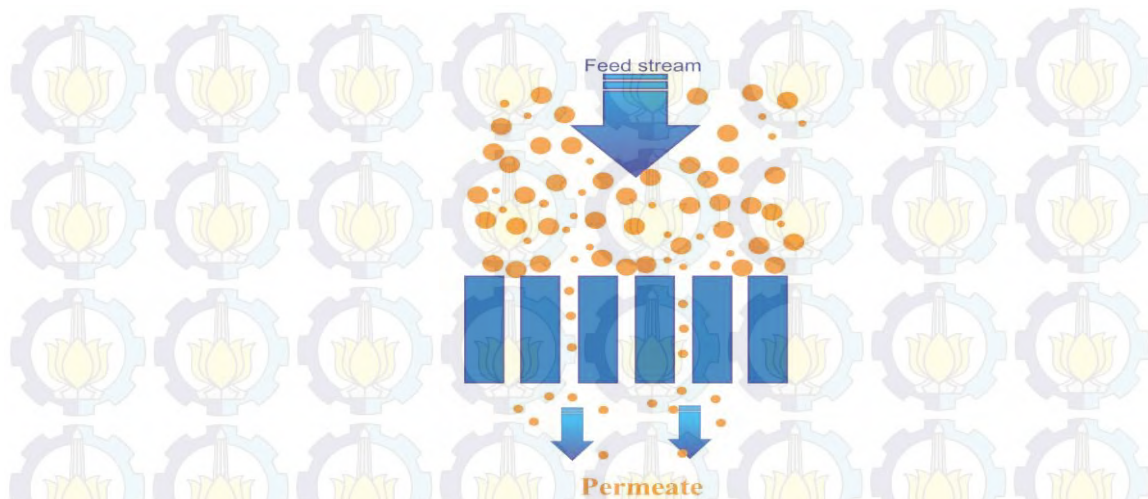
Dalam operasi membran terdapat dua jenis aliran umpan, yaitu aliran *cross flow* dan aliran *dead-end*. Pada aliran *cross flow*, aliran umpan mengalir melalui suatu membran, dengan hanya sebagian saja yang melewati pori membran untuk memproduksi permeat, sedangkan aliran pelarut atau cairan pembawa akan melewati permukaan membran sehingga larutan, koloid dan padatan tersuspensi yang tertahan oleh membran akan terus terbawa menjadi aliran balik. Seperti pada gambar di bawah ini.



**Gambar 2.15** Arah aliran umpan Cross flow

Sedangkan pada sistem *dead-end*, keseluruhan dari fluida melewati membran (sebagai media filter) dan partikel tertahan pada membran, dengan demikian fluida umpan mengalir melalui tahanan membran dan tahanan penumpukan partikel pada permukaan membran (Mallack dkk., 1997). Seperti pada gambar di bawah ini.





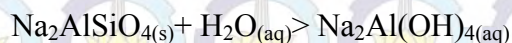
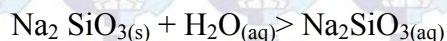
**Gambar 2.16.** Arah aliran umpan dead-end

## 2.16. Penelitian Terdahulu

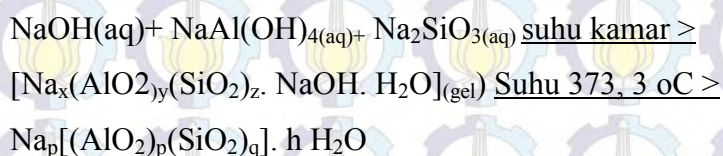
Berbagai metode telah dikembangkan untuk zeolit. Dalam beberapa penelitian zeolit dapat disintesis dengan metode sintesis zeolit, zeolit disintesis dari abu dasar batubara menggunakan metode peleburan diikuti kristalisasi hidrotermal (Yanti dan Yuli, 2009) dan juga dilakukan oleh Widiastuti (2011) dengan sistem kolom dengan aliran dari atas ke bawah. Zeolit pada penelitian ini dibuat dari abu dasar batubara dengan metode peleburan dengan suhu peleburan dilakukan pada 750°C selama 1 jam dan proses hidrotermal pada suhu 100°C selama 12 jam dengan perbandingan molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1.9$ . Hasil analisis Difraksi Sinar X, XRD untuk mengetahui struktur kristalnya, menunjukkan zeolit yang terbentuk adalah zeolit (hasil pencocokan puncak-puncak tersebut sesuai dengan *Powder Diffraction File* (PDF) yang diperoleh dari Data Base *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) 1997 dengan nomor seri PDF 39-0222 sebagai standar terbentuknya zeolit A). (Suci dan Nurul, 2010). Berdasarkan metode peleburan abu dasar diikuti proses hidrotermal yang dilakukan oleh Yanti dan Yuli (2009) menunjukkan bahwa terbentuk zeolit yang memiliki kristalinitas dan kemurnian lebih tinggi dibandingkan dengan metode hidrotermal langsung abu dasar bebas karbon (Nikmah, 2009) ataupun hidrotermal langsung abu dasar dengan masih adanya karbon (Atminingsih, 2009). Pada tahap peleburan dengan alkali, abu dasar terdekomposisi menjadi garam alkali yaitu garam natrium silikat dan aluminat.



Padatan abu dasar yang mengandung garam natrium silikat dan natrium alumina silikat dihaluskan dan dilarutkan dalam air destilat hingga konsentrasi NaOH sekitar 2M. Proses pelarutan leburan abu dasar dengan air destilasi adalah sebagai berikut:



Untuk membuat zeolit, selanjutnya rasio molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  gel awal dalam ekstrak leburan dikontrol melalui penambahan sumber Al dan diikuti oleh kristalisasi zeolit. Reaksi yang terjadi ketika proses kristalisasi berlangsung yaitu:



Pada tahun 2001 Nizami dan Iqbal telah melakukan penelitian untuk menghasilkan silica dari sekam padi. Metode yang mereka gunakan adalah *pyroprocessed* dengan membakar sekam padi di dalam *furnace* listrik dengan suhu  $500^\circ\text{C}$  selama 8 jam. Abu yang dihasilkan mengandung 92.01%  $\text{SiO}_2$  yang telah diberikan perlakuan kimia basah dan pengeringan termal.

Penelitian terdahulu (Puspayana dan Damayanti, 2013), sampel yang sama dengan menggunakan membran silika nanofiltrasi dengan massa 5 gram dapat merejeksi konsentrasi ammonium sampai mencapai 92.17%. Fluks terbesar terjadi pada membran dengan massa silika 8 gram saat digunakan variasi volume air limbah 25% dengan nilai fluks sebesar  $3.67 \text{ L/m}^2 \cdot \text{Jam}$ . Serta didukung oleh penelitian Aufiyah dan Damayanti (2013) serta Maharani dan Damayanti (2013) yang menyimpulkan membran terbaik adalah membran dengan massa silika 5 gram. Jadi komposisi terbaik adalah silika 28.66% wt, PEG 32.38% wt, PVA 19.48% wt, semen putih 19.48% wt.

Hasil analisis dari SEM dan XRD menunjukkan bahwa kinerja dari membran perovskit LSCF 7382 yang disintesis dengan tekanan 2 ton akan menjadi lebih baik untuk konversi gas metan menjadi syngas jika membran disinterring dengan menggunakan suhu  $1100^\circ\text{C}$  dan waktu *sintering* 8 jam, yang



dilakukan oleh Ilmiah dkk. (2011). Sifat suspensi (ukuran partikel dari bubuk keramik) dan kondisi sintering harus dioptimalkan sehingga diperoleh dukungan yang akan menghasilkan porositas yang optimal dan ukuran pori yang sementara dapat mempertahankan kekuatan materi yang memadai (Mulder, 1996), sehingga permean dapat dioptimalkan. *Sintering* pada suhu tinggi dapat meningkatkan kekuatan ikatan bahan kaca dalam teknologi membran (San dan Yener, 2005). Seiring peningkatan suhu dari 950°C sampai 1000°C selama 20 menit dengan tingkat pendinginan 5°C/menit, suhu dapat mengubah porositas dan ukuran pori. Porositas menurun dari 43.42 % menjadi 40.02 % dan meningkatkan ukuran pori rata-rata dari 1.48  $\mu\text{m}$  menjadi 1.88  $\mu\text{m}$  (San dan Özgür, 2011).

Dalam studi lain, Kim dkk. (2002), pembuatan pendukung membran keramik tubular, menurut temuan mereka porositas lebih tergantung pada suhu sintering, sedangkan ukuran pori lebih tergantung pada ukuran dari partikel awal yang digunakan dalam membuat membran. Ukuran partikel mempengaruhi kemas partikel dan dengan demikian terjadi evolusi jari-jari pori selama sintering. Semakin kecil ukuran partikel awal, semakin besar densifikasi (kekerasan permukaan, kekuatan, kerapatan) pertumbuhan rongga selama sintering (Kingery, 2002). Ukuran pori konstan dengan peningkatan suhu sintering, pada pembentukan membran dengan ukuran partikel 0.5  $\mu\text{m}$  dan 2.8  $\mu\text{m}$  (Wang dkk., 1999). Menurut Bissett (2005), bahwa penggunaan bubuk AKP-15 (0.61 $\mu\text{m}$ ) menghasilkan dukungan dengan porositas dan permeability air tertinggi pada suhu sintering setara dibandingkan AKP-30 (0.31  $\mu\text{m}$ ) dan AKP-50 (0.25  $\mu\text{m}$ ). Ukuran pori dan distribusi ukuran pori dipengaruhi oleh ukuran serbuk partikel mula-mula.

Studi tentang membran anorganik oleh Arief, dkk. (2013) yang berbahan dasar dari zeolit alam, silika, dan kalsium karbonat telah berhasil disintesis dan diaplikasikan untuk penjernihan air rawa gambut. Mikrograf SEM menunjukkan adanya pengaruh temperatur sintering terhadap morfologi, ukuran pori, porositas dan densitas membran. Membran yang di sinter pada temperatur 850 - 900°C mempunyai ukuran pori yang kecil yaitu 0.1 – 3  $\mu\text{m}$  dan masih berada pada range mikrofiltrasi. Porositas akan berkurang dengan bertambahnya temperatur

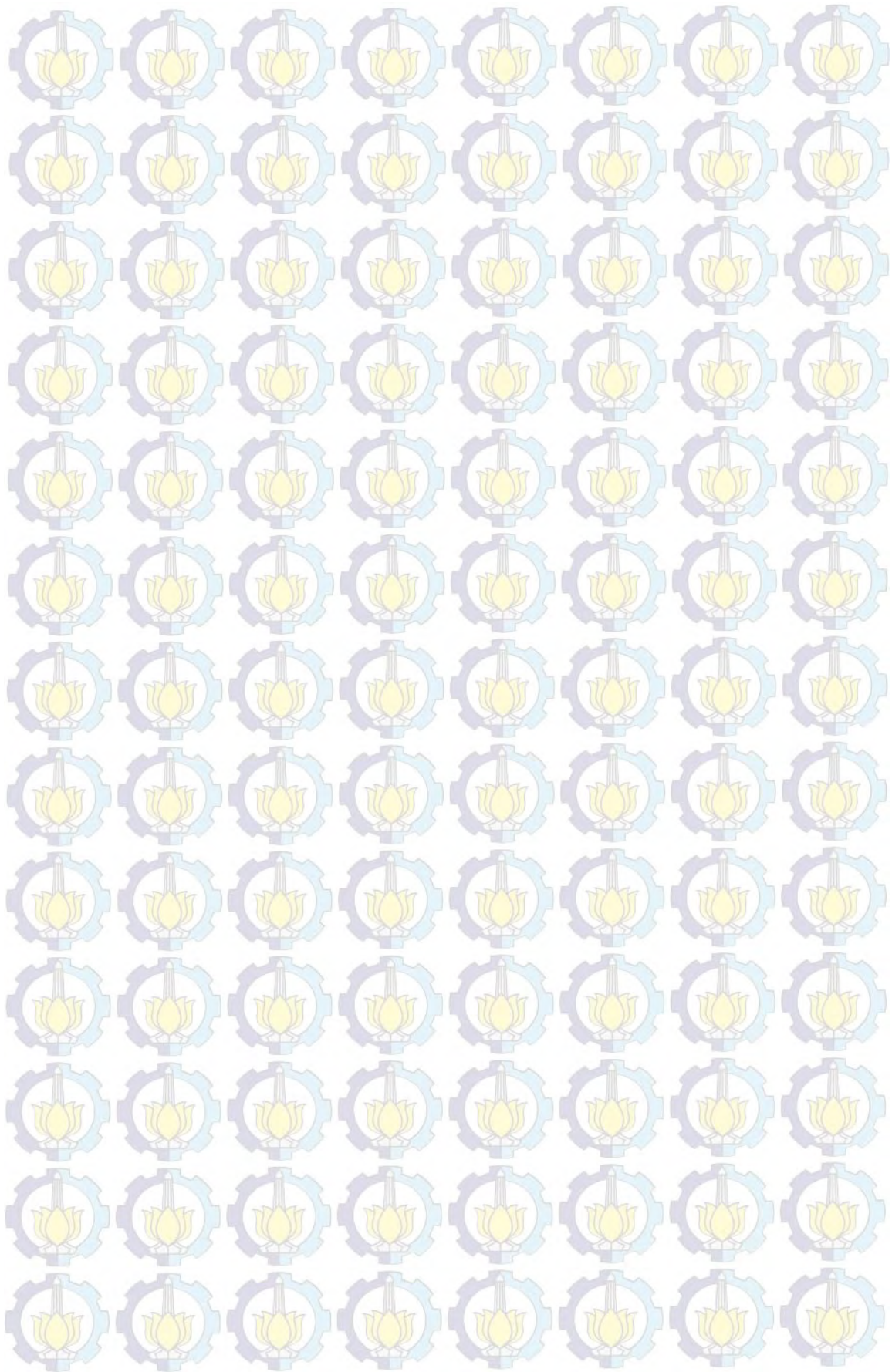


sintering. Densitas menunjukkan sifat yang berbeda dari porositas terhadap kenaikan temperatur sintering.

Pada penelitian dengan menggunakan teknologi nanofiltrasi NF90 dengan bahan material poliamide yang dilakukan selama ini, memiliki penolakan terhadap nitrat relatif tinggi pada air tanah dalam kisaran 84-95% (Amouha, 2011).

Membran nanofiltrasi sangat efektif dalam mengurangi konsentrasi nitrat, arsenic, aluminium, fluoride, boron, dan uranium dalam perairan alam (Richard, 2012).







## BAB 3

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Umum

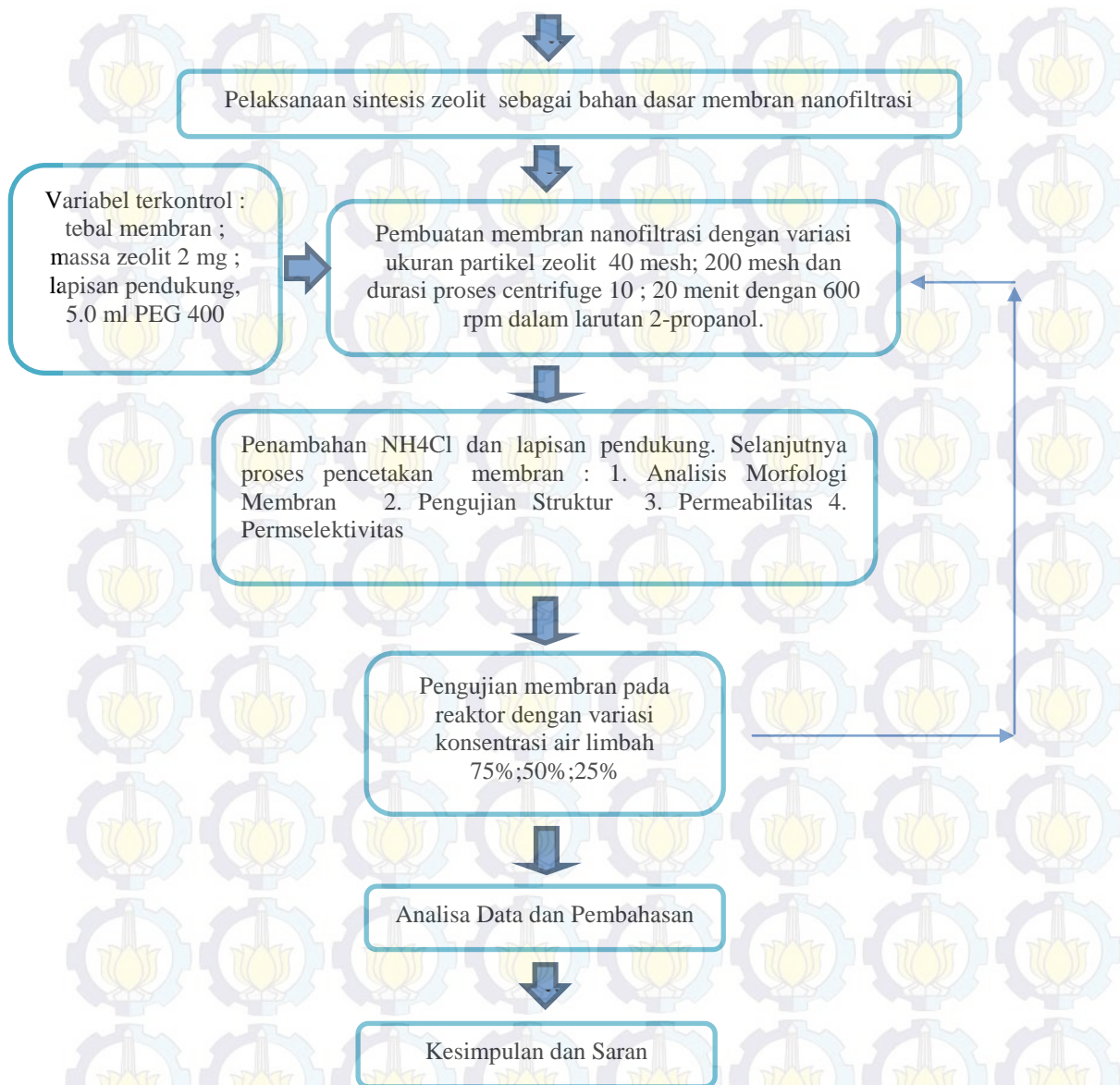
Pada penelitian ini dilakukan pengujian membran nanofiltrasi dari zeolit sebagai filter pada limbah industri tahu. Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk mengetahui durasi proses centrifuge optimal dan ukuran partikel zeolit yang bisa dihasilkan untuk pembuatan membran. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah cair dari industri tahu yang terdapat di industri yang terletak di Jalan Kedung Tarukan No. 12 Surabaya.

Karakteristik membran dilakukan dengan dua cara, yaitu pengujian struktur yang dilakukan dengan menggunakan metode spektrofotometri FTIR dan analisis morfologi membran yang dilakukan dengan menggunakan peralatan SEM. Parameter yang dianalisis pada penelitian ini meliputi kadar Nitrat dan Amonium dengan parameter fisik ukuran pori membran zeolit nanofiltrasi. Variasi yang dilakukan pada penelitian ini adalah variasi durasi proses centrifuge, ukuran partikel zeolit dan konsentrasi air limbah sebagai variabel kinerja/bebas. Sedangkan variabel terikat adalah prosentase rejeksi dan fluks.

Tahapan penelitian untuk pertama kali dilakukan dengan identifikasi masalah yang berasal dari kesenjangan antara kondisi nyata dengan kondisi ideal, kemudian didapatkan ide penelitian dari masalah yang timbul. Kerangka penelitian selengkapny dapat dilihat pada **Gambar 3.1**:







Gambar 3.1 Kerangka Penelitian

### 3.2 Ide Penelitian

Ide penelitian dalam tugas akhir ini adalah sebagian besar limbah yang dihasilkan oleh industri tahu skala rumah tangga tidak diolah terlebih dahulu. Untuk mengatasi masalah tersebut, digunakan teknologi membran yaitu dengan melakukan penelitian pemanfaatan zeolit alam sebagai bahan baku pembuatan membran nanofiltrasi untuk menurunkan kadar nitrat dan amonium pada limbah cair tahu.

### 3.3 Studi Literatur

Studi literatur dilakukan dengan mencari bahan-bahan yang berhubungan dan terkait untuk mendukung penelitian dari awal hingga penyusunan laporan. Studi



literatur juga berguna untuk mendapatkan arahan dan pedoman dalam pelaksanaan penelitian, serta memperkuat hasil penelitian lapangan. Sumber-sumber yang digunakan meliputi *textbook*, jurnal/artikel ilmiah, laporan penelitian, tugas akhir dan karya terdahulu yang berhubungan dengan penelitian terdahulu.

### **3.4 Pelaksanaan Penelitian**

#### **3.4.1 Analisa Awal Limbah Cair Tahu (analisa Nitrat dan Amonium)**

Limbah cair tahu yang digunakan berasal dari limbah industri tahu yang berada di Jalan Kedung Tarukan, Surabaya. Pengambilan sampel dilakukan dengan menampung limbah cair tahu ke dalam bak atau ember berukuran sedang sebanyak 4 liter. Setelah itu akan dilakukan analisa kadar Nitrat dan Amonium pada limbah cair tahu tersebut. Untuk menganalisa kadar Nitrat digunakan metode Brucin Asetat. Alat-alat yang digunakan dalam metode ini adalah Erlenmeyer 50 ml, spektrofotometer dan kuvet, dan pipet 10; 5 ml. Sedangkan bahan yang digunakan adalah larutan Brucin Asetat dan larutan Asam Sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) pekat. Untuk analisa Amonium digunakan metode Nessler. Alat-alat yang digunakan adalah spektrofotometer dan kuvet, Erlenmeyer 100 ml, dan pipet 25; 10; 5 ml. Sedangkan bahan yang digunakan adalah larutan Garam Signet dan larutan Nessler.

#### **3.4.2 Pembuatan Membran**

Langkah pertama dalam pembuatan larutan membran adalah dengan menimbang zeolit hasil sintesis pengayakan dengan ukuran partikel 0.425 mm atau 200 mesh dan 0.075 mm atau 40 mesh dengan berat masing-masing 2 mg. Masing-masing tersebut dimasukkan dalam botol sentrifuge kemudian ditambahkan 35 mL 2-Propanol. Larutan tersebut di sentrifuge 100 mL selama 10 menit dengan kecepatan 600 rpm. Kemudian membuat larutan suspensi yang sama disentrifuge selama 20 menit dengan kecepatan 600 rpm. Setelah selesai di sentrifuge akan terbentuk endapan putih zeolit yang telah tercampur 2-Propanol dengan merata. Endapannya diambil untuk pembuatan membran dan cairan atasnya dibuang. Endapan putih dimasukkan dalam beker glass yang telah berisi campuran 3,5 gram  $\text{NH}_4\text{Cl}$  dan 300 ml aquades kemudian di aduk dengan magnetik stirrer selama 1 jam dan dibiarkan sampai mengendap.



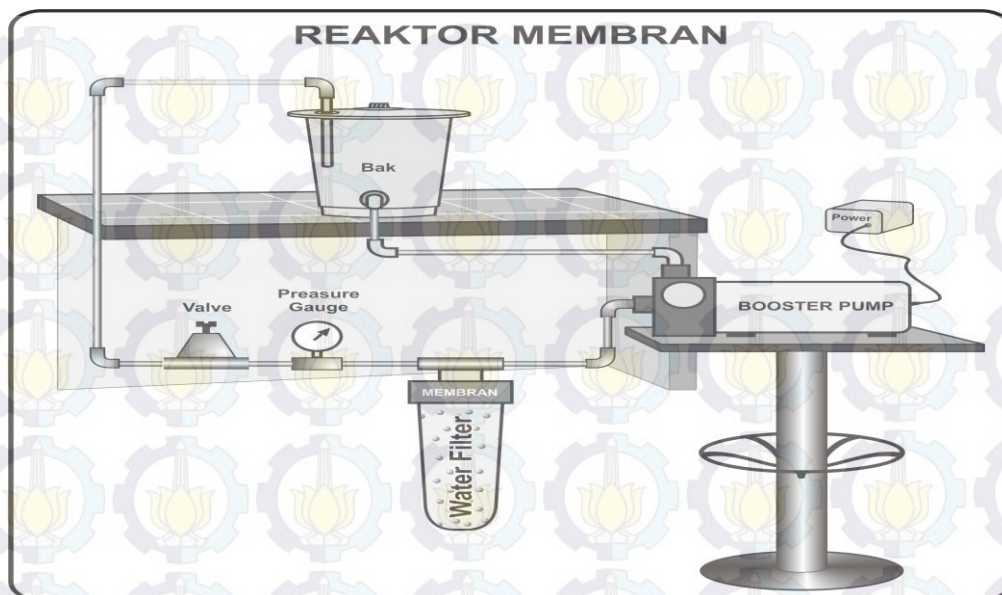
Proses pencetakan membran dilakukan dengan pencampuran larutan PEG (Poly Ethylen Glicol). Langkah awal dari proses pembuatan membran adalah, menambahkan 5.0 ml PEG 400 serta 30 mL aquades ke dalam beker glass 80 mL. Berikut komposisi untuk masing-masing variasi ukuran partikel zeolit dan variasi durasi proses centrifuge zeolit yang digunakan. Kemudian di panaskan pada panci yang telah berisi air. hal ini bertujuan agar larutan tidak hangus karena waktu pemanasan cukup lama sampai semua bahan tercampur dengan halus dan mengental. Setelah larutan mengental kemudian dicetak dengan menggunakan cawan petri dan dibiarkan selama 30 jam. Membran dioven pada suhu 70 °C selama 1 jam untuk memperkuat struktur membran dan tidak mudah sobek.

### 3.4.3 Pengujian Membran pada Reaktor Aliran *Cross Flow*

Pengujian kinerja membran dilakukan dalam reaktor dengan aliran *cross flow*. Membran nanofiltrasi dipotong membentuk lingkaran dengan diameter 1.5 cm. Setelah itu membran diletakkan ke dalam reaktor dengan menggunakan kasa stainless sebagai media penyangga membran. Kemudian reaktor dijalankan dengan menggunakan boster untuk mengalirkan air limbah. Dengan diberi tekanan sebesar 5 atm (Mulder, 1996) dan pengatur debit (valve) yang diperkecil, sehingga air limbah akan mengalir melewati membran dan untuk yang tidak tersaring (konsentrat) akan dialirkan kembali ke bak awal limbah.

Untuk membran zeoliot nanofiltrasi ini, pengujian untuk mendapatkan koefisien rejeksi (R%) dilakukan pada menit ke-80 yaitu akan diambil permeat yang dihasilkan pada akhir proses penyaringan. Sedangkan dalam memperoleh nilai fluks dilakukan selama 80 menit, dan setiap selang 20 menit diambil permeatnya dan diukur volumenya. reaktor dengan aliran cross flow dalam pengujian membran zeolit nanofiltrasi dengan ukuran partikel 40 mesh dan 200 mesh dengan durasi centrifuge 10 menit dan 20 menit pada masing-masing variasi konsentrasi limbah cair tahu dengan aquadest , yaitu dengan perbandingan 75%:25% : 50%:50% ; 25%:75%. Berikut ini *reactor cross flow* yang ditunjukkan pada **Gambar 3.2**.





**Gambar 3. 2** Aliran *Cross Flow* pada Reaktor

#### **3.4.4 Pengujian Struktur , Analisa Morfologi dan Pengujian Ukuran Pori Membran**

Pengujian struktur membran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri FTIR. Sampel yang dianalisis dibentuk menjadi serbuk dan dihubungkan dalam KBr sehingga terbentuk pellet KBr. Analisa Morfologi dilakukan dengan metode SEM. Membran yang telah kering dibekukan dengan Nitrogen cair, kemudian dipatahkan dan ditempelkan pada holder. Membran dilapisi emas lalu dimasukkan ke dalam chamber. Langkah terakhir adalah dilakukan pemotretan terhadap permukaan dan penampang lintang membran.

#### **3.4.5 Analisis Kadar Nitrat**

Kadar Nitrat dianalisa dengan menggunakan metode Brucin Asetat. Alat-alat yang digunakan dalam metode ini adalah Erlenmeyer 50 ml, spektrofotometer dan kuvet, dan pipet 10; 5 ml. Sedangkan bahan yang digunakan adalah larutan Brucin Asetat dan larutan Asam Sulfat ( $H_2SO_4$ ) pekat.

#### **3.4.6 Analisis Kadar Amonium**



Untuk analisa Amonium digunakan metode Nessler. Alat-alat yang digunakan adalah spektrofotometer dan kuvet, Erlenmeyer 100 ml, dan pipet 25; 10 ; 5 ml. Sedangkan bahan yang digunakan adalah larutan Garam Signet dan larutan Nessler.

### **3.4.7 Analisis Data dan Pembahasan**

Data-data yang dibutuhkan pada penelitian ini adalah data primer yang diperoleh dari pengamatan uji membran pada reaktor *cross flow*. Selama 1, 2 jam reaktor dijalankan dan setiap 20 menit dilakukan pengambilan permeat. Permeat akan dianalisis untuk mengetahui seberapa besar pengaruh membran nanofiltrasi terhadap efektifitas removal sesuai dengan variabel yang telah ditentukan. Data-data yang dibutuhkan adalah:

- Kadar Nitrat dan Amonium awal dan setelah diolah pada limbah cair tahu
- Waktu kontak antara limbah dan membran
- Debit permeat yang dihasilkan



## BAB 4

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1. Pengujian Membran dalam Reaktor

Hasil pencetakan membran dengan menggunakan cawan petri kemudian dikeringkan dengan cara diangin-anginkan 30 jam. Hal ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan air yang ada pada membran. Setelah 30 jam membran yang agak kering di oven pada suhu 70°C selama 1 jam. Ditunjukkan pada gambar (lampiran Gambar T). Secara visual membran zeolit nanofiltrasi ini :

- Berwarna coklat, pada kondisi kering maupun basah (dalam air).
- Keras dan tekstur permukaan halus jika dalam kondisi kering
- Lunak, lentur, dan tekstur permukaan halus jika dalam kondisi basah (dalam air)
- Memiliki ketebalan berkisar 0.5 – 1.0 mm

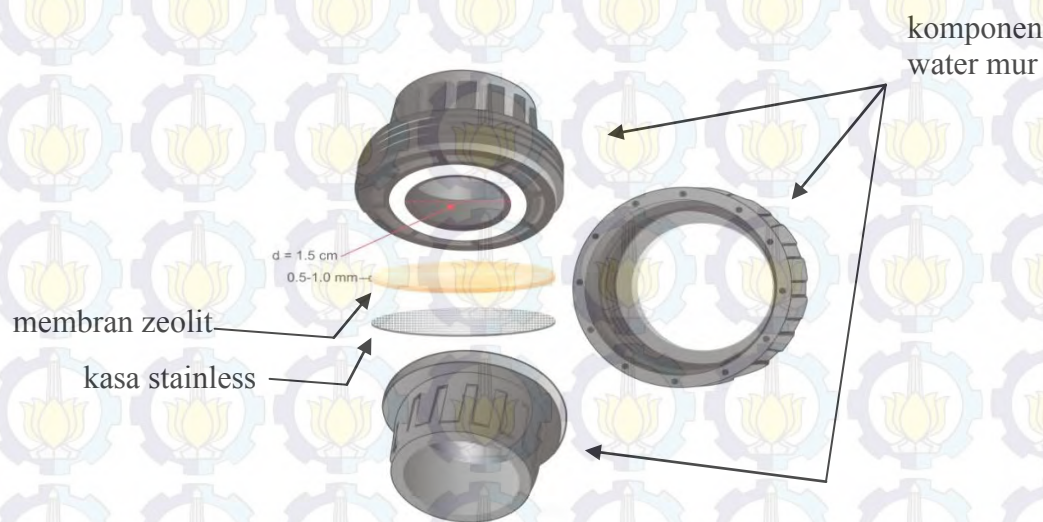
Tampak gambar visual lebih dekat di bawah ini.



**Gambar.4.1.** Membran Zeolit Nanofiltrasi



Langkah selanjutnya dilakukan pengujian membran dalam reaktor *cross flow* untuk mengetahui kandungan amonium dan nitrat pada permeat yang dihasilkan. Reaktor *cross flow* yang digunakan seperti pada gambar (lampiran Gambar U). Membran yang akan diuji pada reaktor dipotong dengan ukuran diameter 2.0 cm karena ukuran lubang watermur sebesar 1.5 cm kemudian diletakkan pada tempat membran yang terbuat dari watermur. Setelah membran diletakkan kemudian diberi penyangga berupa kawat agar membran tidak mudah bocor. Selanjutnya watermur tersebut ditutup dengan rapat agar tidak terjadi kebocoran. Seperti tampak pada **Gambar 4.2** di bawah ini susunan letak membran.



**Gambar.4.2. Susunan letak membran dalam water mur**

Langkah berikutnya setelah bak penampung berisi air limbah, *pressure booster pump* dinyalakan dan dipastikan semua valve dipastikan dalam keadaan terbuka agar aliran air menjadi lancar. Pada awal pengoperasian *pressure gauge* menunjukkan tekanan 0 atm sehingga untuk menaikkan tekanan cara yang dilakukan yaitu dengan menutup valve sedikit demi sedikit secara perlahan sampai *pressure gauge* menunjukkan tekanan yang diinginkan yaitu berkisar 5.0 atm yang ditunjukkan pada gambar (lampiran Gambar V). Mengapa hal ini dilakukan pada tekanan 5 atm, karena :

- Proses kinerja membran nanofiltrasi bekerja dengan tekanan minimal 5 atm (Mulder, 2006).



- Menurut Ashaghi (2007), kecepatan *cross flow* yang tinggi dapat menyebabkan *fouling* yang parah atau pematatan membran.
- Memiliki ketebalan membran 1.00 mm, dengan diameter 1.50 cm untuk menghindari terjadinya kerusakan pada membran pada saat uji coba dalam reaktor.

Pengujian membran berbahan dasar zeolit ini dilakukan 2 cara yaitu yang untuk mengetahui koefisien rejeksi dilakukan pada menit ke-80 dan pengambilan permeat dilakukan. Hal ini berdasarkan pada penelitian terdahulu oleh Puspayana, (2013), bahwa koefisien rejeksi terbaik pada pengambilan permeat setelah 80 menit atau 1.2 jam. Sedangkan yang kedua untuk menguji tingkat fluks dilakukan penentuan volume permeat tiap 20 menit selama 80 menit. Sehingga pengambilan permeat dilakukan sebanyak 4 kali pada setiap variasi ukuran partikel, variasi lama durasi centrifuge dan %volume limbah cair tahu. Sedangkan pengambilan sampel untuk analisa awal limbah dilakukan pada saat awal pengoperasian reaktor. Karena variasi yang digunakan dalam penelitian ini salah satunya adalah volume limbah, maka dilakukan analisa awal limbah cair tahu sebanyak 3 kali seperti yang tercantum pada **Tabel 4.1**.

**Tabel 4.1 Variasi Uji Membran**

Ukuran Partikel Zeolit	Durasi Centrifuge pada 600 rpm	Perbandingan Volume limbah : volume Aquadest
40 mesh	10 menit	75% : 25%
		50% : 50%
200 mesh		25% : 75%
40 mesh	20 menit	75% : 25%
		50% : 50%
200 mesh		25% : 75%

Sumber : Hasil Penelitian (2014)

#### **4.2. Analisis Limbah Cair Tahu**

Limbah cair tahu yang digunakan berasal dari limbah industri tahu rumah tangga yang berada di Jalan Kedung Tarukan No. 12, Surabaya. Analisis awal



limbah cair tahu dilakukan untuk mengetahui konsentrasi awal nitrat dan ammonium yang nantinya akan dibandingkan dengan permeat yang dihasilkan saat uji membran di dalam reaktor aliran *cross flow*. Hasil dari analisis awal limbah dan permeat digunakan untuk perhitungan efisiensi removal dari membran yang dinyatakan dengan koefisien rejeksi. Parameter yang digunakan dalam penelitian ini nitrat dan amonium.

Pada penelitian ini tidak menggunakan volume limbah 100%, dimana karakteristik limbah cair tahu merupakan suatu padatan baik itu tersuspensi maupun terlarut (Kaswinarni, 2007). Sehingga untuk menghindari adanya sumbatan dengan adanya padatan suspensi pada selang *Pressure Booster Pump* yang memiliki diameter 3.0 mm (**Gambar.4.3**) pada proses uji kinerja membran dalam reaktor, dilakukan pengenceran pada sampel limbah cair tahu dengan variasi volume limbah 75%, 50% serta 25%. Disamping pengenceran, juga dilakukan proses pengendapan. Sehingga dalam proses uji kinerja membran zeolit nanofiltrasi dalam reaktor *cross flow* ini diharapkan bekerja secara optimal.



**Gambar. 4.3.** Selang pada *Pressure Booster Pump*

**a. Parameter nitrat**

Sebagai tahapan awal dalam menganalisis kadar nitrat yang terkandung di dalam limbah cair tahu dengan menggunakan metode Brucin Acetat. Sampel yang dibutuhkan sebanyak 2 ml dan ditambahkan dengan 2 ml larutan Brucin Asetat serta 4 ml larutan asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) pekat. Kemudian larutan dibaca nilai absorbansinya pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 410 nm. Agar



nilai absorbansi nitrat tetap pada kisaran range yang telah ditentukan, maka akan dibuat kalibrasi nitrat dengan panjang gelombang 410 nm. Nilai absorbansi yang didapat setelah dibaca di spektrofotometer dimasukkan ke dalam rumus persamaan kalibrasi sebagai berikut:

$$y = 0,104x - 0,006 \quad (11)$$

dengan ,  $y$  = nilai absorbansi nitrat (A)  
 $x$  = konsentrasi nitrat (mg/l)

Setelah didapatkan nilai  $x$  dengan menggunakan rumus diatas, kemudian dikalikan dengan faktor pengenceran. Berikut ini merupakan data dari hasil analisis awal konsentrasi nitrat di dalam limbah cair tahu dengan masing masing variasi volume limbah yang berbeda ditunjukkan pada **Tabel 4.2**.

**Tabel 4.2 Hasil Analisis Awal Nitrat**

% volume limbah : % volume aquadest	Kadar Nitrat (mg/l)
75 : 25	3.30
50 : 50	3.20
25 : 75	14.90

Sumber: Hasil Penelitian (2014)

Dilihat dari hasil penelitian awal kadar nitrat dalam sampel cair limbah tahu, terdapat perbedaan kadar/konsentrasi baik pada 25% volume limbah sampai pada 75% volume limbah. Dalam proses pengujian membran zeolit nanofiltrasi dari awal hingga akhir, sampel diambil terlebih dahulu dari pabrik produksi tahu yang kemudian disimpan dalam lemari es/frezeer. Pada tahap awal pengujian menggunakan 25% volume limbah, diperoleh kadar nitrat yang tinggi yaitu 14.90 mg/l. Kemudian dilanjutkan pada tahap kedua dengan menggunakan 50% volume limbah memperoleh kandungan nitrat 3.20 mg/l. Kadar nitrat mengalami penurunan yang begitu besar, hal ini disebabkan oleh perlakuan/proses yang terjadi dalam limbah cair tahu tersebut. Perlakuan sampel limbah cair tahu antara lain :

1. Menyimpan di dalam lemari es/frezeer dengan suhu berkisar 8°C,



2. Rentang waktu yang cukup lama dalam pengujian membran dengan variasi volume limbah.

Sehingga sampel limbah cair tahu dalam kondisi anaerob yang memungkinkan terjadinya proses denitrifikasi, yaitu proses reduksi nitrat menjadi nitrit dan kemudian diubah menjadi gas nitrogen.

Tahap anaerobik yang melibatkan pengurangan  $\text{NO}_3^-$  untuk gas nitrogen oleh bakteri denitrifikasi. Denitrifikasi telah terbukti sebagai proses yang terjadi di luar penyaring dengan menggunakan zeolit (Booker dkk.,1995), di mana substrat (nitrat dan organik C) diperlukan untuk denitrifikasi (Wilson dkk.,1981).

#### **b. Parameter Amonium**

Sedangkan untuk menganalisa kadar amonium digunakan metode Nessler yaitu dibutuhkan sampel sebanyak 25 ml. Dengan melakukan pengenceran sebanyak 25x, mula-mula diambil sampel 1 ml dan diencerkan dengan aquades sampai volume 25 ml. Kemudian ditambahkan 1 ml larutan nessler dan 1,25 ml larutan garam signet. Kemudian didiamkan selama 10 menit dan setelah itu dibaca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 410 nm. Sama halnya dengan analisis nitrat, agar nilai absorbansi tetap pada kisaran range yang telah ditentukan, maka akan dibuat kalibrasi amonium dengan panjang gelombang 410 nm.

Nilai absorbansi yang didapat setelah dibaca di spektrofotometer dimasukkan ke dalam rumus persamaan kalibrasi sebagai berikut:

$$y = 0.278x + 0.075 \quad (12)$$

dengan :  $y$  = nilai absorbansi amonium (A)  
 $x$  = konsentrasi nitrat (mg/l)

Setelah didapatkan nilai  $x$  dengan menggunakan rumus di atas, kemudian dikalikan dengan faktor pengenceran. Berikut ini merupakan data dari hasil analisis awal konsentrasi amonium di dalam limbah cair tahu dengan masing-masing variasi volume limbah yang berbeda ditunjukkan pada **Tabel 4.3**.



**Tabel 4.3. Hasil Analisis Awal Amonium**

% volume limbah : % volume aquadest	Kadar Amonium (mg/l)
75 : 25	11.00
50 : 50	15.50
25 : 75	12.80

Sumber: Hasil Penelitian (2014)

Hasil analisa awal amonium pada penelitian ini, dengan perlakuan sampel cair limbah tahu disimpan dalam lemari es/frezeer dengan suhu sekitar 8°C pada awal pengujian menunjukkan peningkatan kadar amonium dalam sampel pada 25% volume limbah dan 50% volume limbah. Terjadi peningkatan kadar amonium dengan peningkatan persentase volume limbah. Hal ini disebabkan proses oksidasi tidak terjadi pada amonium atau dalam kondisi in aktif pada mikroorganisme yang ada serta rentang waktu yang cukup lama dalam pengujian membran pada 50% volume limbah dari 25% volume limbah selama dalam penyimpanan di lemari es. Tetapi kadar amonium pada persentase volume limbah 75% mengalami penurunan dari 50% volume limbah. Hal ini disebabkan antara lain, rentang waktu pengujian membran zeolit pada 50% volume limbah dengan 75% volume limbah pendek dan memungkinkan terjadi proses oksidasi di dalam limbah cair tersebut. Hal ini juga didukung adanya peningkatan kadar nitrat pada 75% volume limbah dari kadar nitrat 50% volume limbah. Terjadi oksidasi pada amonium menjadi nitrat. seperti reaksi dibawah ini :



Proses nitrifikasi yang terjadi adalah suatu proses konversi dari amonia menjadi nitrit yang kemudian menjadi nitrat yang dilakukan oleh bakteri autotropik dan heterotropik (Grady dan Lim (1980) dalam Said (2009)).

Bahan organik berupa protein yang terdapat dalam limbah cair industri tahu terdekomposisi menjadi amonia dengan bantuan mikroorganisme pengurai yang terdapat dalam limbah cair industri tahu. Pada kondisi aerobik amonia teroksidasi menjadi nitrit, kemudian nitrit dioksidasi lagi menjadi nitrat (Irmanto dan Suyata, 2009).



### 1.3. Pengaruh Variasi Ukuran Partikel Zeolit, Waktu Durasi Centrifuge dan Volume Air Limbah Terhadap Prosentase Removal Nitrat.

Permeat yang dihasilkan dari pengujian membran dalam reaktor aliran *cross flow* kemudian di analisis dengan menggunakan metode Brucin Asetat untuk parameter nitrat. Nilai konsentrasi Nitrat dapat dihitung setelah di baca nilai absorbansinya pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 410 nm. Setelah itu dihitung pula besarnya prosentase koefisien rejeksi.

**Tabel 4.4. Pengaruh Variasi Ukuran Partikel Zeolit, Waktu Durasi Centrifuge dan Volume Air Limbah Terhadap Prosentase Removal Nitrat.**

Menit ke-80	75% : 25% $C_{75-25} = 3.30$ mg/l		50% : 50% $C_{50-50} = 3.20$ mg/l		25% : 75% $C_{25-75} = 14.90$ mg/l	
	10'	20'	10'	20'	10'	20'
40 mesh	2.30 mg/l	2.50 mg/l	2.00 mg/l	1.70 mg/l	6.30 mg/l	10.20 mg/l
R	30.30%	24.24%	37.50%	46.80%	57.72 %	31.54 %
200 mesh	2.40 mg/l	2.40 mg/l	0.80 mg/l	0.90 mg/l	1.60 mg/l	8.30 mg/l
R	27.27%	27.27%	75.00%	71.88%	89.26 %	44.30 %

Sumber : Penelitian 2014

Keterangan Tabel 4.4 :

- 75%:25% = volume limbah 75% dengan volume aquadest 25%



50%:50% = volume limbah 50% dengan volume aquadest 50%

25%:75% = volume limbah 25% dengan volume aquadest 75%

- $C_{75-25}$  = konsentrasi awal nitrat pada volume limbah 75% dengan volume aquadest 25%

$C_{50-50}$  = konsentrasi awal nitrat pada volume limbah 50% dengan volume aquadest 50%

$C_{25-75}$  = konsentrasi awal nitrat pada volume limbah 25% dengan volume aquadest 75%

- 10' = waktu durasi centrifuge selama 10 menit

20 = waktu durasi centrifuge selama 20 menit

- 40 mesh = ukuran partikel 40 mesh

200 mesh = ukuran partikel 200 mesh

- R = Koefisien Rejeksi

Hasil dari perhitungan koefisien rejeksi nitrat pada membran 200 mesh durasi centrifuge 10 menit dengan volume limbah 25% yang terbesar dengan nilai 89.26 %. Hal ini ditunjukkan pada **Tabel 4.4**. Dengan Konsentrasi awal atau  $C_{25-75}$  nitrat 14.90 mg/l, pada pengambilan permeat menit ke-80.

Ukuran partikel dari bubuk awal juga memiliki efek pada sifat pendukung membran, dimana Steenkamp dkk. (2001) dan Wang dkk. (1999), menyatakan bahwa semakin kecil ukuran partikel serbuk awal, maka semakin kecil pori-pori, permeabilitas serta porositas air rendah. Didukung oleh Li dkk. (2007), dan Dyer (1988) bahwa ukuran pori dan kepadatan kerangka adalah faktor utama yang menjadi perhatian ketika mempertimbangkan zeolit untuk pemisahan air, ukuran pori menentukan selektivitas ion dan kepadatan kerangka menentukan permeabilitas air. Membran zeolit nanofiltrasi ukuran partikel 200 mesh dengan durasi centrifuge 10 menit lebih selektif pada ion nitrat.

Ditinjau dari proses centrifuge, durasi 10 menit memperlihatkan hasil yang optimal pada proses kerja membran dalam menapis ion nitrat. Hal ini seperti yang dilakukan oleh Fatmasari (2012) dalam Puspayana dan Damayanti (2013).

Hasil dari perhitungan koefisien rejeksi nitrat pada membran 200 mesh durasi centrifuge 10 menit dengan volume limbah 50 % yang terbesar



dengan nilai 75.00 % dan koefisien rejeksi terkecil pada membran 40 mesh durasi centrifuge 20' dengan nilai 31.54%. Seperti ditunjukkan pada **Tabel 4.4**. Dengan konsentrasi awal atau  $C_{50-50}$  nitrat 15.50 mg/l, pada pengambilan permeat menit ke-80. Hal ini, sesuai dengan penjelasan pada 25% volume limbah yang menunjukkan selektifitas membran zeolit nanofiltrasi dengan ukuran partikel 200 mesh, durasi centrifuge 10 menit terhadap ion nitrat.

Hasil dari perhitungan koefisien rejeksi nitrat pada membran 40 mesh durasi centrifuge 10 menit dengan volume limbah 75% yang terbesar dengan nilai 30.30 %. Dapat dilihat pada **Tabel 4.4**. Dengan Konsentrasi awal atau  $C_{75-25}$  nitrat 11.00 mg/l, pada pengambilan permeat menit ke-80. Secara umum koefisien rejeksi nitrat yang didapatkan pada volume air limbah 75% memiliki nilai yang hampir sama. Hal ini memungkinkan terjadinya *fouling* (Notodarmojo, 2009), sehingga dalam proses penapisan nitrat dengan membran zeolit nanofiltrasi pada limbah cair mengalami hambatan. Jadi perlu adanya pengenceran atau pre treatment pada limbah cair tahu (proses pengendapan) dan penyaringan.

#### **1.4. Pengaruh Variasi Ukuran Partikel Zeolit, Waktu Durasi Centrifuge dan Volume Air Limbah Terhadap Prosentase Removal Amonium.**

Selain menggunakan parameter nitrat juga digunakan parameter amonium pada penelitian ini. Permeat yang dihasilkan saat uji membran dalam reaktor, dilakukan analisa amonium dengan menggunakan metode Nessler. Untuk mengetahui konsentrasi awal amonium maka perlu diketahui nilai absorbansi dan dihitung dengan menggunakan rumus persamaan kurva baku amonium. Setelah didapatkan konsentrasi amonium, dihitung pula nilai koefisien rejeksinya. Hasil perhitungan koefisien rejeksi amonium bisa dilihat pada **Tabel 4.5**. di bawah ini.



**Tabel. 4.5. Pengaruh Variasi Ukuran Partikel Zeolit, Waktu Durasi Centrifuge dan Volume Air Limbah Terhadap Prosentase Removal Amonium.**

Menit ke-80	75 : 25 $C_{75-25} = 11.00 \text{ mg/l}$		50 : 50 $C_{50-50} = 15.50 \text{ mg/l}$		25 : 75 $C_{25-75} = 12.80 \text{ mg/l}$	
	10'	20'	10'	20'	10'	20'
40 mesh	0.20 mg/l	0.20 mg/l	9.50 mg/l	4.50 mg/l	6.90 mg/l	6.50 mg/l
R	98.18%	98.18%	38.71%	70.97%	46.10 %	49.20 %
200 mesh	3.80 mg/l	6.85 mg/l	4.50 mg/l	6.00 mg/l	5.80 mg/l	5.50 mg/l
R	65.45%	37.72%	70.97%	61.29%	54.69 %	57.03 %

Sumber : Penelitian 2014

Keterangan **Tabel 4.5.**:

- 75:25 = volume limbah 75% dengan volume aquadest 25%
- 50:50 = volume limbah 50% dengan volume aquadest 50%
- 25:75 = volume limbah 25% dengan volume aquadest 75%
- $C_{75-25}$  = konsentrasi awal nitrat pada volume limbah 75% dengan volume aquadest 25%
- $C_{50-50}$  = konsentrasi awal nitrat pada volume limbah 50% dengan volume aquadest 50%
- $C_{25-75}$  = konsentrasi awal nitrat pada volume limbah 25% dengan volume aquadest 75%
- 10' = waktu durasi centrifuge selama 10 menit
- 20' = waktu durasi centrifuge selama 20 menit
- 40 mesh = ukuran partikel 40 mesh
- 200 mesh = ukuran partikel 200 mesh



- R = Koefisien Rejeksi

Hasil perhitungan koefisien rejeksi pada seluruh variasi membran dengan volume limbah 25 % hampir sama. Koefisien rejeksi yang terbaik pada kondisi ini adalah membran 200 mesh durasi centrifuge 20 menit yaitu 57.03 %. Dengan Konsentrasi awal atau  $C_{25-75}$  amonium 12.80 mg/l, pada pengambilan permeat menit ke-80. Ditunjukkan pada **Tabel 4.5**.

Pada **Tabel 4.5**, hasil uji membran dengan durasi centrifuge 20 menit memberikan hasil yang optimal pada proses penapisan amonium pada ukuran partikel 200 mesh. Kemungkinan yang terjadi, proses durasi centrifuge untuk kepadatan kerangka juga dapat mempengaruhi selektivitas membran terhadap ion (Li dkk. (2007); Dyer (1988)). *Fouling* juga mempengaruhi dalam proses penapisan ini (Notodarmojo, 2004). Untuk meminimal terjadinya sumbatan, penambahan PEG berperan dalam hal ini sebagai anti *fouling* (Su, 2009).

Hasil perhitungan koefisien rejeksi pada seluruh variasi membran dengan volume limbah 50 % ditunjukkan pada **Tabel 4.5**. Koefisien rejeksi yang terbaik pada kondisi ini adalah membran 200 mesh durasi centrifuge 10 menit yaitu 70.97%. Dengan Konsentrasi awal atau  $C_{50-50}$  amonium 15.50 mg/l, pada pengambilan permeat menit ke-80. Menunjukkan bahwa membran 200 mesh dengan durasi centrifuge 10 menit memiliki karakter yang kuat terhadap selektivitas terhadap ion. Hal ini juga berlaku pada ion nitrat. Sehingga durasi centrifuge (Fatmasari, 2012) memberikan hasil yang optimal. Sedangkan pada ukuran partikel 40 mesh diperlukan waktu durasi yang lebih lama yaitu 20 menit, untuk mendapatkan kerapatan kerangka yang mempengaruhi selektivitas membran terhadap ion amonium (Li dkk. (2007); Dyer (1988)). PEG sebagai anti *fouling* bekerja lebih optimal pada membran ini.

Hasil perhitungan koefisien rejeksi pada seluruh variasi membran dengan volume limbah 75% hampir sama. Koefisien rejeksi yang terbaik pada kondisi ini adalah membran 40 mesh durasi centrifuge 10 menit dan 20 menit yaitu 98.18%. Dengan Konsentrasi awal atau  $C_{75-25}$  nitrat 11.00 mg/l, pada pengambilan permeat menit ke-80. Bisa dilihat pada **Tabel 4.5**.



Penjelasan pada penapisan nitrat, bahwa menurut Li dkk, (2007), dan Dyer (1988) bahwa ukuran pori dan kepadatan kerangka adalah faktor utama yang menjadi perhatian ketika mempertimbangkan zeolit untuk pemisahan air, ukuran pori menentukan selektivitas ion dan kepadatan kerangka menentukan permeabilitas air. Ukuran pori ditentukan oleh ukuran partikel serbuk awal (Steenkamp dkk. (2001); Wang dkk. (1999)), sehingga dalam proses penapisan amonium yang optimal dengan menggunakan membran zeolit nanofiltrasi 40 mesh yang memiliki selektivitas terhadap ion amonium. Serta didukung centrifuge yang optimal pada durasi 10 menit (Fatmasari, 2012).

### **1.5. Pengaruh Variasi Ukuran Partikel Zeolit, Waktu Durasi Centrifuge dan Volume Air Limbah Terhadap Nilai Fluks Membran**

Nilai fluks didapatkan dari jumlah volume yang dihasilkan oleh permeat yaitu yang melewati membran dengan luas permukaan bagian atas membran per satuan waktu. Berikut ini merupakan data nilai fluks yang didapatkan saat penelitian dari menit ke-20 hingga menit ke-80.

#### **1.5.1. Hubungan antara variasi ukuran partikel zeolit, waktu durasi centrifuge, dan prosentase volume air limbah 25% dan aquadest 75% dengan pengambilan permeat setiap 20 menit selama 80 menit.**

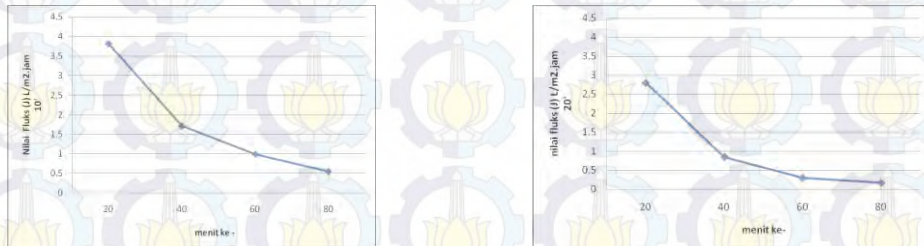
**Tabel 4.6** Nilai Fluks (J) pada Volume Air Limbah 25% dan Aquadest 75%

Menit ke	40 mesh 10'		40 mesh 20'	
	volume (ml)	Nilai Fluks	volume (ml)	Nilai Fluks
20	2.25	3.81	1.65	2.80
40	2.00	1.71	1.00	0.85
60	1.75	0.99	0.50	0.30
80	1.30	0.55	0.40	0.17
Rata-rata		1.77		1.03

Sumber: Hasil Penelitian (2014)



Pada Tabel 4.6 dan Tabel 4.7 menunjukkan bahwa nilai fluks terbesar didapatkan pada membran ukuran partikel zeolit 40 mesh, durasi centrifuge 10 menit pada pengambilan pertama yaitu menit ke 20 sebesar 3.81 L/m<sup>2</sup>.jam dan terjadi penurunan nilai fluks di setiap pertambahan waktu.

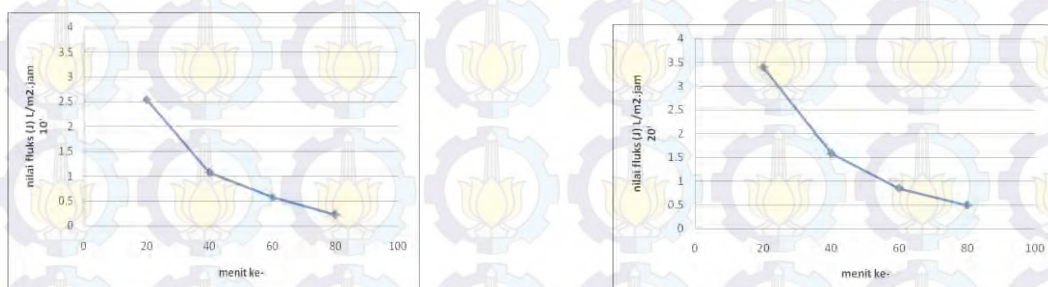


**Gambar 4.4** Nilai Fluks (J) pada Ukuran Partikel Zeolit 40 mesh, Waktu Durasi Centrifuge 10' : 20' dan Volume Air Limbah 25 % dan Aquadest 75%.

**Tabel 4.7** Nilai Fluks (J) pada Volume Air Limbah 25% dan Aquadest 75%

Menit ke	200 mesh 10"		200 mesh 20"	
	volume (ml)	Nilai Fluks	volume (ml)	Nilai Fluks
20	1.50	2.54	2.00	3.39
40	1.25	1.07	1.85	1.58
60	1.00	0.57	1.50	0.85
80	0.50	0.22	1.15	0.49
Rata-rata		1.10		1.58

Sumber: Hasil Penelitian (2014)



**Gambar 4.5** Nilai Fluks (J) pada Ukuran Partikel Zeolit 200 mesh, Waktu Durasi Centrifuge 10' : 20' dan Volume Air Limbah 25 %



Pada pengukuran fluks, dapat dilihat bahwa semakin lama waktu yang dibutuhkan larutan umpan untuk melewati membran, maka nilai fluks semakin kecil. Hal ini disebabkan karena terjadinya *fouling*, yaitu perubahan yang bersifat irreversible yang disebabkan oleh interaksi secara fisik dan kimiawi antara membran dengan partikel yang terdapat dalam proses pemisahan (Wenten, 1996). Kemungkinan yang terjadi pada ukuran 40 mesh dengan durasi centrifuge pada penambahan PEG (Su, 2009), tidak bekerja secara maksimal pada saat proses pembuatan. Yang seharusnya memiliki kerapatan rangka yang lebih kompak. Sehingga terjadi *fouling* yang relatif lebih cepat. Juga kemungkinan terjadi pada membran dengan ukuran 200 mesh baik pada durasi 10 menit maupun 20 menit. Permasalahan penurunan laju fluks membran menurut Ariyanti (2009) dalam Rachmawati dan Damayanti (2013) juga dapat dipengaruhi oleh polaritas membran dan penyumbatan permukaan pori membran.

#### **1.5.2. Hubungan antara variasi ukuran partikel zeolit, waktu durasi centrifuge, dan prosentase volume air limbah 50% dan aquadest 50% dengan pengambilan permeat setiap 20 menit selama 80 menit.**

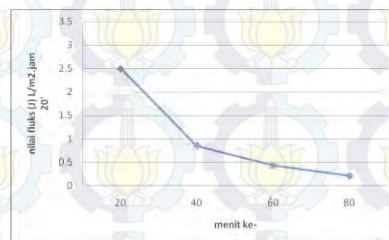
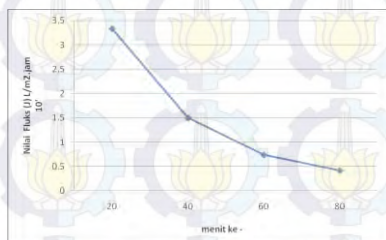
Pada **Tabel 4.8** dan **Tabel 4.9** menunjukkan bahwa nilai fluks terbesar didapatkan pada membran ukuran partikel zeolit 200 mesh, durasi centrifuge 10 menit pada pengambilan pertama yaitu menit ke 20 sebesar 6.67 L/m<sup>2</sup>.jam dan terjadi penurunan nilai fluks di setiap pertambahan waktu. Dalam proses pembuatan membran, memungkinkan kerja yang optimal sehingga distribusi pori dengan penambahan NH<sub>4</sub>Cl sebagai porogen merata (Puspayana dan Damayanti, 2013) serta penambahan PEG dengan yang optimal dalam mengurangi terjadinya proses *fouling* dini.



**Tabel 4.8** Nilai Fluks (J) pada Volume Air Limbah 50 % dan Aquadest 50%

Menit ke	40 mesh 10'		40 mesh 20'	
	volume (ml)	Nilai Fluks	volume (ml)	Nilai Fluks
20	2.00	3.33	1.50	2.50
40	1.75	1.50	1.00	0.85
60	1.30	0.74	0.75	0.43
80	1.00	0.42	0.50	0.21
<b>Rata-rata</b>		1.49		0.99

Sumber: Hasil Penelitian (2014)

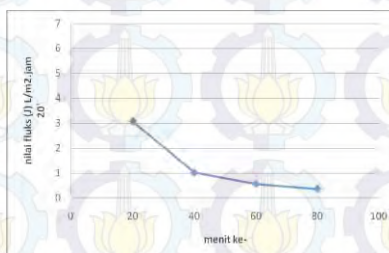
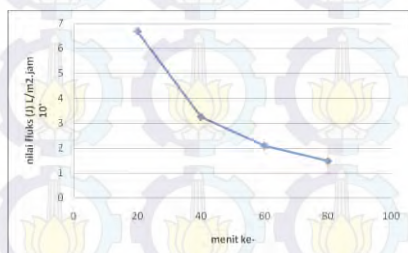


**Gambar 4.6** Nilai Fluks (J) pada Ukuran Partikel Zeolit 40 mesh, Waktu Durasi Centrifuge 10' : 20' dan Volume Air Limbah 50 %

**Tabel 4.9** Nilai Fluks (J) pada Volume Air Limbah 50 % dan Aquadest 50%

Menit ke	200 mesh 10''		200 mesh 20''	
	volume (ml)	Nilai Fluks	volume (ml)	Nilai Fluks
20	4.00	6.67	1.85	3.08
40	3.80	3.25	1.20	1.02
60	3.70	2.10	1.00	0.57
80	3.50	1.49	0.85	0.36
<b>Rata-rata</b>		3.88		1.26

Sumber: Hasil Penelitian (2014)



**Gambar 4.7** Nilai Fluks (J) pada Ukuran Partikel Zeolit 200 mesh, Waktu Durasi Centrifuge 10' : 20' dan Volume Air Limbah 50 %.



**1.5.3. Hubungan antara variasi ukuran partikel zeolit, waktu durasi centrifuge, dan prosentase volume air limbah 75% dan aquadest 25% dengan pengambilan permeat setiap 20 menit selama 80 menit.**

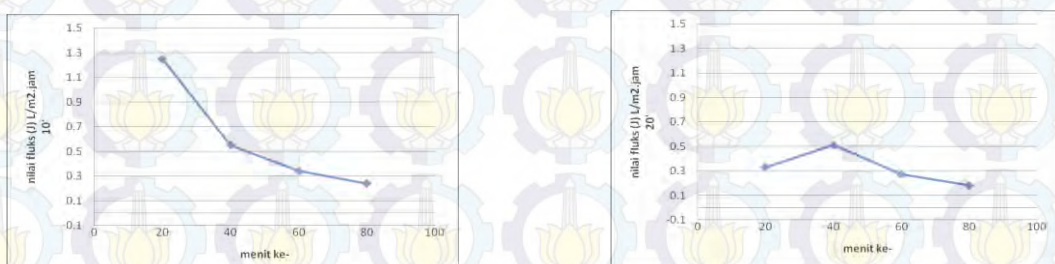
Tabel 4.10 dan Tabel 4.11 menunjukkan bahwa nilai fluks terbesar didapatkan pada membran ukuran partikel zeolit 200 mesh, durasi centrifuge 20 menit pada pengambilan pertama yaitu menit ke 20 sebesar 3.16 L/m<sup>2</sup>.jam dan terjadi penurunan nilai fluks di setiap pertambahan waktu.

Pada Tabel 4.10. Pengaruh *fouling* serta polarisasi (Ariyanti, 2009) baik pada mesh 40 dengan durasi 10 menit dan 20 menit menunjukkan peningkatan yang cepat dalam proses penapisan. Sehingga permeabilitas membran rendah. Peran PEG sebagai anti *fouling* tidak bekerja secara maksimal.

**Tabel 4.10** Nilai Fluks (J) pada Volume Air Limbah 75% dan Aquadest 25%

Menit ke	40 mesh 10'		40 mesh 20'	
	volume (ml)	Nilai Fluks	volume (ml)	Nilai Fluks
20	0.75	1.25	0.2	0.33
40	0.64	0.55	0.6	0.51
60	0.60	0.34	0.48	0.27
80	0.57	0.24	0.42	0.18
Rata-rata		0.60		0.32

Sumber: Hasil Penelitian (2014)



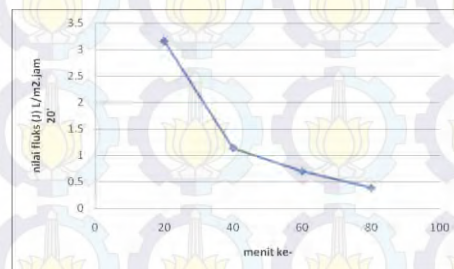
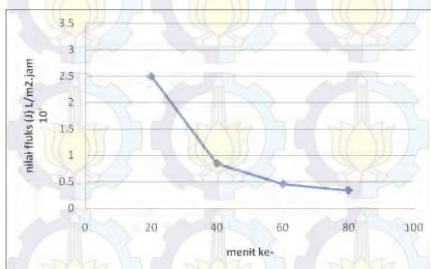
**Gambar 4.8** Nilai Fluks (J) pada Ukuran Partikel Zeolit 40 mesh, Waktu Durasi Centrifuge 10' : 20' dan Volume Air Limbah 75 %



**Tabel 4.11** Nilai Fluks (J) pada Volume Air Limbah 75% dan Aquadest 25%

Menit ke	200 mesh 10'		200 mesh 20'	
	volume (ml)	Nilai Fluks	volume (ml)	Nilai Fluks
20	1.50	2.50	1.90	3.16
40	1.00	0.85	1.33	1.14
60	0.82	0.46	1.23	0.70
80	0.80	0.34	0.92	0.39
Rata-rata		1.04		1.35

Sumber: Hasil Penelitian (2014)



**Gambar 4.9** Nilai Fluks (J) pada Ukuran Partikel Zeolit 200 mesh, Waktu Durasi Centrifuge 10' : 20' dan Volume Air Limbah 75 %

Pada **Tabel 4.11**, Peranan PEG sebagai anti *fouling* (Su, 2009) lebih mendominasi pada membran 200 mesh dengan durasi centrifuge 20 menit. Hal ini dikarenakan kerapatan kerangka pada membran ini lebih tinggi daripada membran 200 mesh dengan durasi 10 menit. Jadi, dari keseluruhan membran zeolit nanofiltrasi memiliki karakter-karakter yang spesifik terhadap selektivitas terhadap ion serta permeabilitas membran. Hal ini menunjukkan pengaruh komposisi ukuran pori, durasi centrifuge serta pemakaian lapisan pendukung pada membran dapat memberikan spesifikasi pada proses penapisan ion.

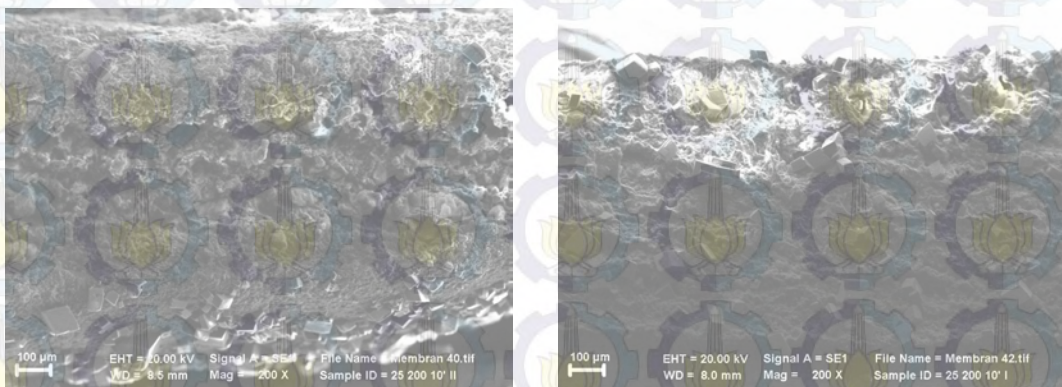
#### 1.6. Uji Morfologi Membran Zeolit Nanofiltrasi dengan SEM

Salah satu cara untuk mengetahui morfologi membran adalah dengan uji SEM. Dengan uji ini dapat diketahui struktur permukaan dan penampang melintang suatu membran menggunakan mikroskop elektron (Mulder, 1996). Analisis SEM menunjukkan bentuk dan perubahan atau morfologi permukaan dari



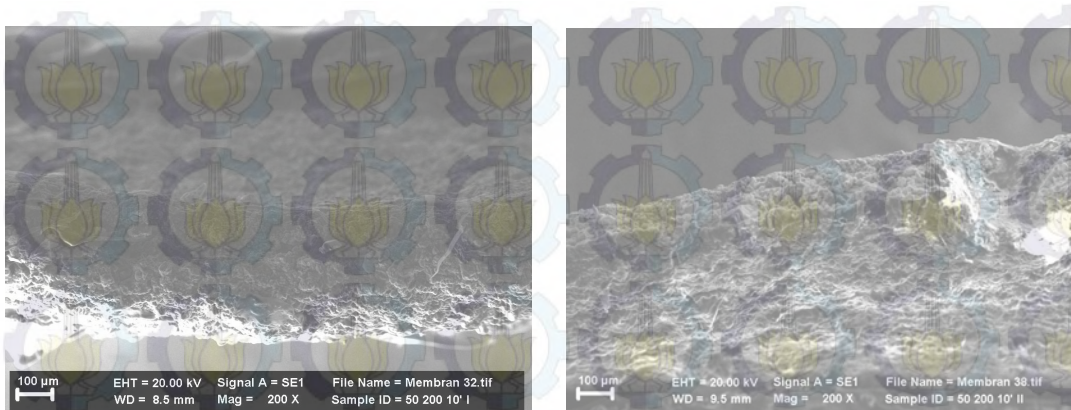
sampel yang dianalisis. Pada prinsipnya bila terjadi perubahan suatu bahan misalnya perubahan struktur permukaan, maka bahan tersebut cenderung mengalami perubahan energi. Energi yang telah berubah tersebut dapat dipancarkan, dipantulkan, dan diserap serta diubah bentuknya menjadi fungsi gelombang elektron yang dapat ditangkap dan dibaca hasilnya (Mumpuni, 2011).

Pada penelitian ini, membran zeolit nanofiltrasi yang telah dibuat merupakan jenis membran anorganik berdasarkan morfologinya. Membran ini biasanya multi-lapis, yang berarti bahwa mereka yang terdiri satu atau lebih lapisan pendukung bagi lapisan atas. Lapisan pendukung (PEG) memberikan kekuatan mekanik sedangkan lapisan atas bertanggung jawab atas sifat pemisahan membran. Kekuatan lapisan pendukung harus stabil pada temperatur tinggi dan tahan terhadap pelarut agar dapat digunakan dalam jangka waktu yang panjang (Mabande dkk., 2004; De Vos dan Verweij, 1988). Dapat dilihat pada Gambar di bawah ini yang merupakan penampang melintang membran sebelum dan sesudah pengujian pada membran. Hasil SEM penampang melintang membran zeolit nanofiltrasi dengan perbesaran 200 kali. Pada gambar tersebut terdapat rongga-rongga yang sangat kecil dan struktur membran terlihat asimetris.

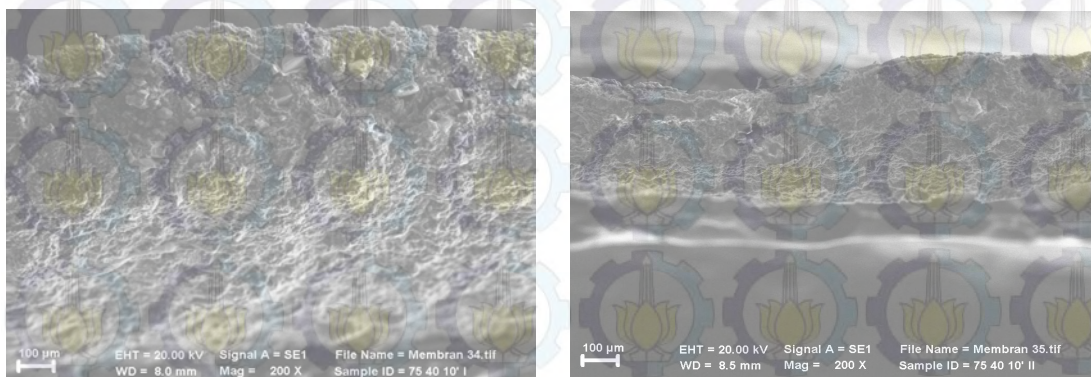


**Gambar. 4.10** Penampang melintang membran zeolit nanofiltasi pada ukuran 200 mesh, durasi centrifuge 10 menit pada 25% volume limbah dengan 75% volume aquadest. Sebelum dan sesudah uji kinerja pada reaktor.





**Gambar 4.11** Penampang melintang membran zeolit nanofiltasi pada ukuran 200 mesh, durasi centrifuge 10 menit pada 50% volume limbah dengan 50% volume aquadest. Sebelum dan sesudah uji kinerja pada reaktor.



**Gambar. 4.12** Penampang melintang membran zeolit nanofiltasi pada ukuran 40 mesh, durasi centrifuge 10 menit pada 75% volume limbah dengan 25% volume aquadest. Sebelum dan sesudah uji kinerja dalam reaktor.

Dari Gambar yang ditampilkan di atas, membran yang dihasilkan dalam penelitian ini sebagai membran anorganik yang memiliki keunggulan antara lain (Biesheuvel, 1999):

1. Partikel dapat tersebar secara efektif dalam fase cair dengan pengadukan.
2. Pencampuran partikel dapat berlangsung secara homogen.
3. Hasil sentrifuge dalam struktur padat, seragam, bebas cacat dan memiliki permukaan yang halus.

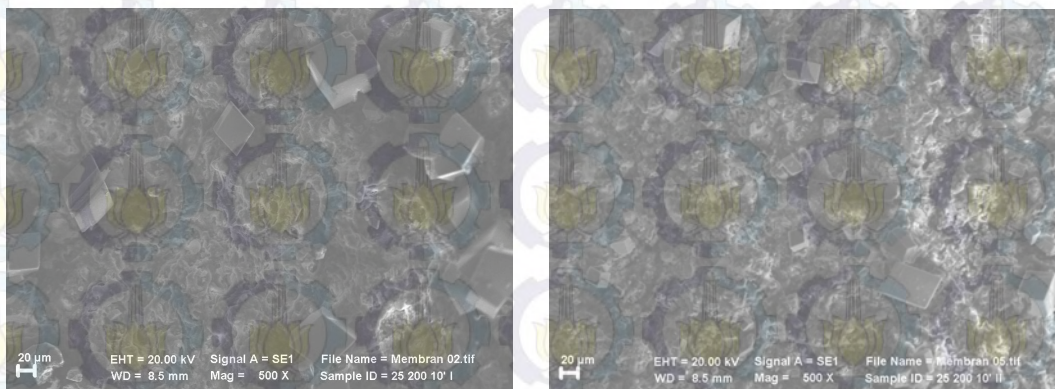


Sedangkan kekurangan dalam proses pembuatan membran ini adalah :

1. Waktu produksi lama karena pemisahan partikel cair
2. Segresi yang tidak diinginkan akibat gravitasi.

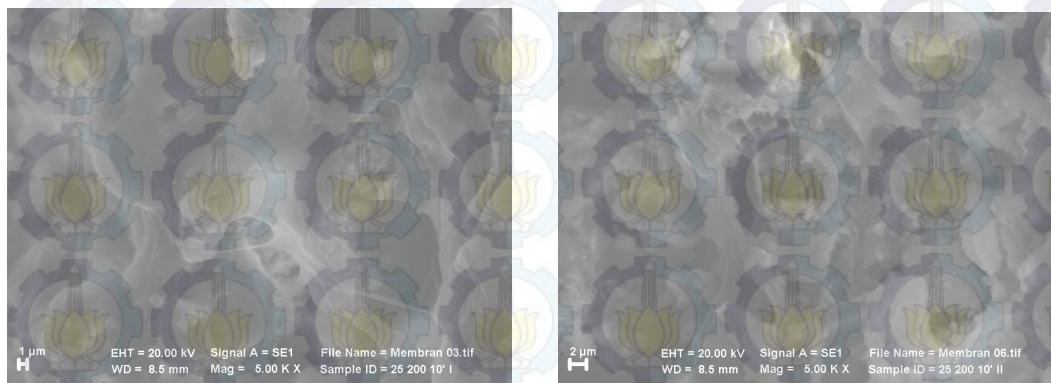
Distribusi pori dapat dilihat pada gambar penampang melintang membran, merata pada seluruh bagian membran. Hal ini ditunjukkan adanya serat-serat pada bagian dalam, seperti pada **Gambar. 4.7**, **Gambar. 4.8** dan **Gambar. 4.9**. sisi kanan menunjukkan adanya aliran air dalam hal ini adalah sebagai permeat. Sebagaimana penelitian yang dilakukan Puspayana dan Damayanti (2013) dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  sebagai porogen yaitu pembentuk serta penyeragam pori dan juga penambahan PEG sebagai bahan organik pembentuk pori salah satunya yang dilakukan oleh Muliawati (2012) dengan Saljoughi (2010).

Dalam proses pembuatan membran zeolit nanofiltrasi ini untuk membentuk permukaan yang halus serta merata dilakukan penambahan air serta pengadukan yang stabil sebelum membran dicetak seperti yang dilakukan oleh Puspayana dan Damayanti (2013). Serta ditunjang proses centrifuge selama 10 menit yang merupakan durasi optimal dalam membentuk struktur membran yang padat dan seragam. Seperti terlihat pada Gambar di bawah ini, merupakan hasil analisis SEM pada permukaan membran zeolit nanofiltrasi sebelum dan sesudah uji pada reaktor.



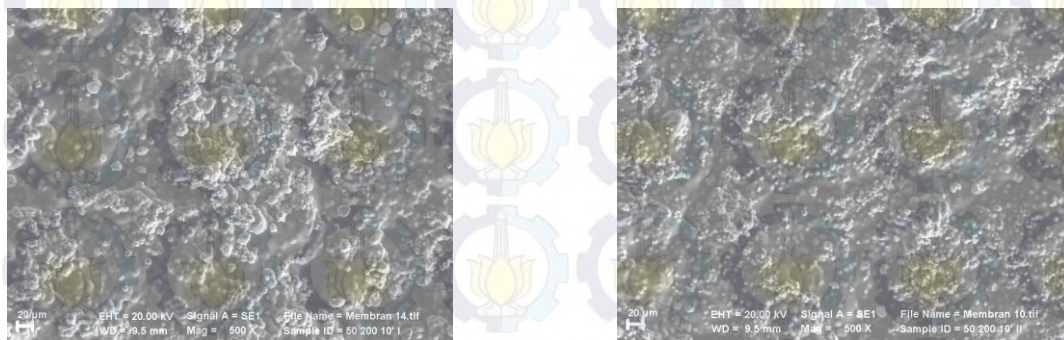
**Gambar. 4.13.** Penampang permukaan membran zeolit nanofiltrasi ukuran 200 mesh, durasi centrifuge 10 menit pada 25% volume limbah dan 75% volume aquadest. (Perbesaran 500 kali).





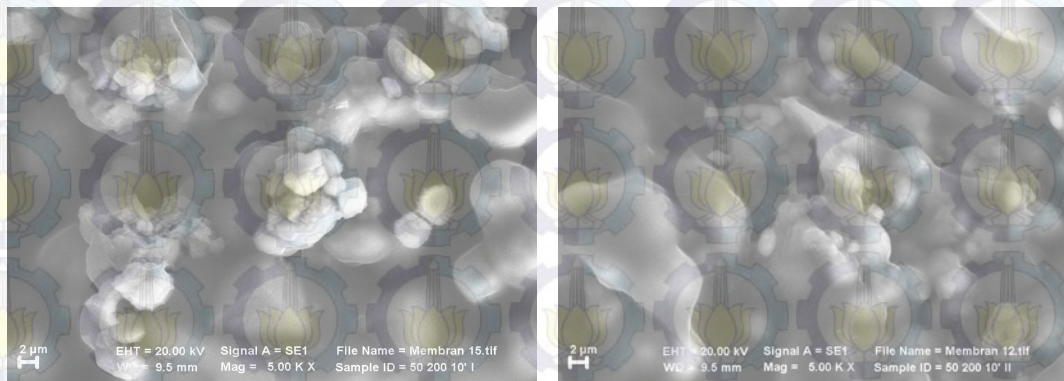
**Gambar. 4.14.** Penampang permukaan membran zeolit nanofiltrasi ukuran 200 mesh, durasi centrifuge 10 menit pada 25% volume limbah dan 75% volume aquadest. (Perbesaran 5000 kali).

Dapat dilihat dengan jelas pada Gambar di atas, perbedaan membran sebelum dan sesudah uji pada reaktor menunjukkan adanya zat/partikel yang menempel pada membran.. *Fouling* dapat terjadi pada membran tetapi tidak hanya di bagian permukaan atas atau lapisan luar membran saja, tetapi juga terjadi pada bagian spinger atau lapisan dalam membran. Pengotor yang masuk kedalam lapisan dalam tersebut terjadi akibat adanya tekanan yang diberikan selama proses operasi membran, tekanan akan mendorong deposisi partikel pada permukaan membran atau lapisan atas untuk masuk ke dalam lapisan dalam membran (Notodarmojo, 2004). Hal ini dapat dilihat dari hasil fluks yang mengalami penurunan seiring dengan waktu berjalan. Untuk mengurangi terjadinya *fouling*, dilakukan penambahan PEG, sebagai anti *fouling*, seperti terdapat dalam Su (2009) yang menyebutkan bahwa PEG adalah senyawa *biocompatible*, *highly hydrophilic* dan *anti fouling*.

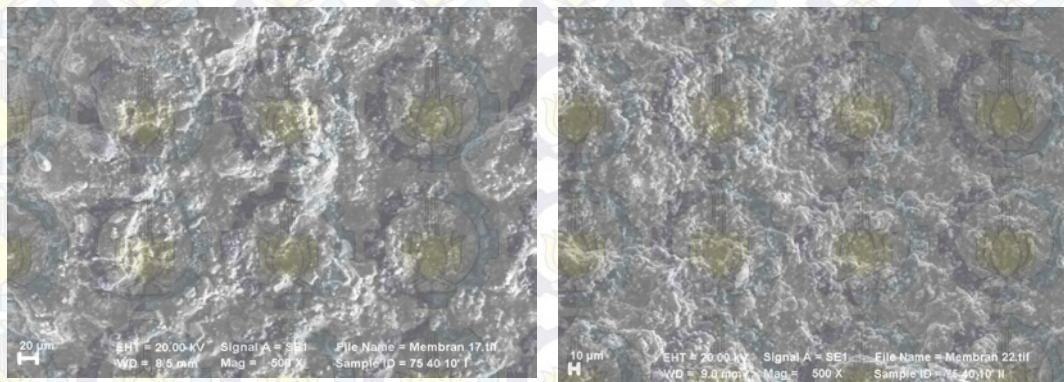


**Gambar. 4.15.** Penampang permukaan membran zeolit nanofiltrasi ukuran 200 mesh, durasi centrifuge 10 menit pada 50% volume limbah dan 50% volume aquadest. (Perbesaran 500 kali).

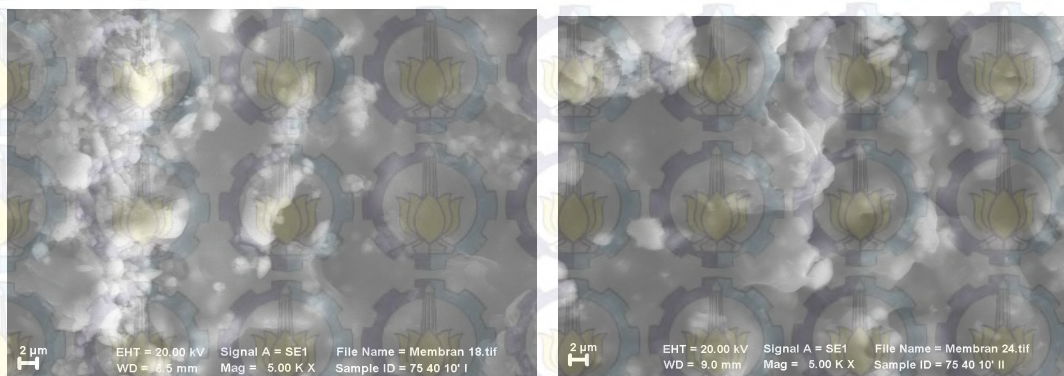




**Gambar. 4.16.** Penampang permukaan membran zeolit nanofiltrasi ukuran 200 mesh, durasi centrifuge 10 menit pada 50% volume limbah dan 50% volume aquadest. (Perbesaran 5000 kali).



**Gambar. 4.17.** Penampang permukaan membran zeolit nanofiltrasi ukuran 40 mesh, durasi centrifuge 10 menit pada 75% volume limbah dan 25% volume aquadest. (Perbesaran 500 kali).



**Gambar. 4.18.** Penampang permukaan membran zeolit nanofiltrasi ukuran 40 mesh, durasi centrifuge 10 menit pada 75% volume limbah dan 25% volume aquadest. (Perbesaran 5000 kali).



Dari data penelitian yang diperoleh, permeabilitas membran zeolit 40 mesh dengan durasi centrifuge 10 menit memberikan nilai tertinggi pada volume limbah 25% yaitu  $3.81 \text{ L/m}^2\text{.jam}$ . Sedangkan pada volume limbah 50%, membran zeolit 200 mesh dengan durasi centrifuge 10 menit memberikan permeabilitas  $6.67 \text{ L/m}^2\text{.jam}$ . Pada volume limbah 75%, membran zeolit 200 mesh dengan durasi 20 menit memberikan permeabilitas sebesar  $3.16 \text{ L/m}^2\text{.jam}$ . Pada pengukuran fluks, dapat dilihat bahwa semakin lama waktu yang dibutuhkan larutan umpan untuk melewati membran, maka nilai fluks semakin kecil. Hal ini disebabkan karena terjadinya *fouling*, yaitu perubahan yang bersifat irreversible yang disebabkan oleh interaksi secara fisik dan kimiawi antara membran dengan partikel yang terdapat dalam proses pemisahan (Wenten, 1996).

Permeabilitas membran ini terbaik pada  $6.67 \text{ L/m}^2\text{.jam}$  dengan menggunakan membran zeolit 200 mesh dengan durasi centrifuge 10 menit, dan yang terkecil adalah  $0.17 \text{ L/m}^2\text{.jam}$  pada membran zeolit 40 mesh, durasi centrifuge 20 menit. Nilai fluks yang didapatkan tersebut masih berada dalam range nilai fluks membran nanofiltrasi. Seperti yang dilakukan oleh Puspayana dan Damayanti, 2013, dengan nilai fluks terbesar  $3.67 \text{ L/m}^2\text{.jam}$ . Mulder (1996) menjelaskan bahwa fluks untuk membran nanofiltrasi berkisar antara  $1.4 - 12 \text{ L/m}^2\text{.jam}$  pada tekanan 5-20 atm.

Dari data yang diperoleh selama proses penelitian ini berlangsung, dalam menentukan koefisien rejeksi nitrat yang memiliki ion radius 264 pm (Nightingale, 1959), memberikan nilai rejeksi tertinggi 89.26% pada volume limbah 25% dengan menggunakan membran zeolit 200 mesh pada durasi centrifuge 10 menit, kemudian pada volume limbah 50% didapatkan 75.00% dengan menggunakan membran zeolit 200 mesh pada durasi centrifuge 10 menit. Sedangkan koefisien rejeksi nitrat pada volume limbah 75% memberikan nilai yang hampir sama dengan rata-rata 30.00%. Hal ini, dari data yang ada menunjukkan bahwa ukuran partikel 200 mesh dengan durasi centrifuge 10 menit lebih efektif dalam menapis nitrat pada limbah cair tahu.



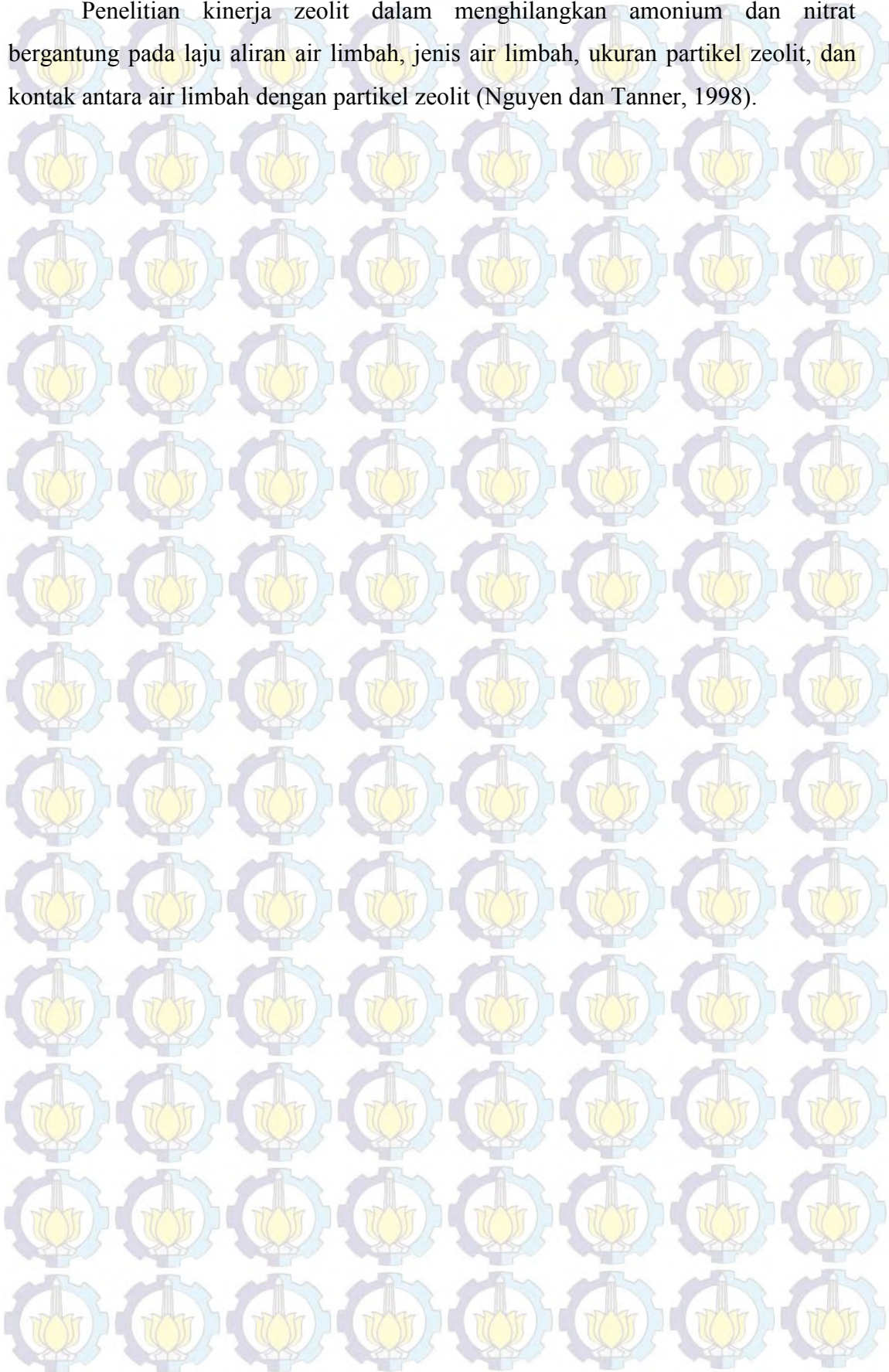
Sesuai dengan fungsi membran, membran nanofiltrasi memiliki ukuran pori kurang dari 2 nm, dalam proses kerja membran menapis ion amonium yang memiliki ukuran radius 290 pm (Hitoshi, 1993) dan telah bekerja sesuai dengan yang diharapkan, yaitu pada permselektivitas membran zeolit 40 mesh baik pada durasi centrifuge 10 menit maupun 20 menit memberikan nilai 98.18% dalam menapis amonium. Sedangkan permselektivitas membran yang bekerja dalam menapis nitrat, terbaik pada membran zeolit 200 mesh dengan durasi 10 menit memberikan nilai 89.26%. Hal ini menunjukkan bahwa ukuran partikel awal zeolit dalam pembuatan membran sangat berpengaruh serta memiliki spesifikasi dalam menapis ion tertentu. Seperti yang dilakukan oleh Kim dkk. (2002), bahwa ukuran partikel mempengaruhi kemasapan partikel seiring dengan terjadinya evolusi jari-jari pori selama sintering dan ukuran pori lebih tergantung pada ukuran partikel awal yang digunakan dalam membuat membran. Didukung oleh Bissett (2005), bahwa ukuran pori dan distribusi ukuran pori dipengaruhi oleh ukuran serbuk partikel mula-mula.

Ditinjau dari durasi waktu centrifuge pada hasil penelitian ini seperti yang dilakukan oleh Fatmasari, (2012) , menunjukkan bahwa durasi centrifuge 10 menit memberikan hasil yang optimal baik pada ukuran partikel zeolit 40 mesh pada penapisan amonium dan 200 mesh pada penapisan nitrat.

Tidak lepas dari lapisan pendukung, PEG dalam pembentukan dan penyeragam pori-pori membran telah bekerja dengan baik sehingga memiliki kekuatan dalam proses filtrasi pada tekanan tinggi dengan ketebalan membran 1.0 mm, serta proses pembuatan membran ini, dengan menggunakan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  sebagai porogen dalam membentuk pori-pori membran seperti yang dilakukan oleh Puspayana dan Damayanti (2013). Dalam penelitian yang dilakukan Muliawati (2012), menyatakan bahwa penambahan komposisi PEG berpengaruh terhadap pembentukan pori semakin kecil, meningkatkan keteraturan bentuk pori pada membran. Saljoughi (2010) telah melakukan pembuatan membran dengan penambahan aditif PEG mempunyai pengaruh pada membran yaitu meningkatkan laju permeasi membran karena PEG diketahui sebagai bahan organik pembentuk pori pada membran.



Penelitian kinerja zeolit dalam menghilangkan amonium dan nitrat bergantung pada laju aliran air limbah, jenis air limbah, ukuran partikel zeolit, dan kontak antara air limbah dengan partikel zeolit (Nguyen dan Tanner, 1998).





## BAB 5

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1. Kesimpulan

Setelah melalui proses penelitian dalam pembuatan dan menapis nitrat dan amonium pada limbah cair tahu dengan menggunakan membran zeolit nanofiltrasi maka dapat disimpulkan:

1. Membran zeolit nanofiltrasi dapat dibuat pada variasi komposisi ukuran partikel 40 mesh dan 200 mesh dengan berat 2.00 mg melalui proses *alkalifussion* dengan :
  - Penambahan 35.00 ml 2-propanol durasi centrifuge 10 menit
  - Penambahan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1.20% magnet stirer selama 1 jam
  - Penambahan 2.00 ml PEG 400
  - Penambahan 30.00 ml aquadest
2. Karakteristik membran zeolit nanofiltrasi :
  - Secara visual dan berdasarkan hasil penelitian, membran ini memiliki ciri-ciri sebagai berikut :
    - Berwarna kecoklatan
    - Keras dan tekstur permukaan halus jika dalam kondisi kering
    - Lunak, lentur, dan tekstur permukaan halus jika dalam kondisi basah (dalam air)
    - Bekerja pada suhu kamar
    - Ketebalan membran 1.00 mm
  - Berdasarkan morfologinya, merupakan jenis membran anorganik
  - Hasil SEM pada penampang melintang dan permukaan, terdapat rongga-rongga yang berdasarkan prinsip pemisahannya merupakan jenis membran asimetris.
  - Membran zeolit nanofiltrasi dengan ukuran partikel awal 40 mesh dengan durasi centrifuge 10 menit selektif terhadap ion amonium pada volume limbah 75% dan volume aquadest 25%.



- Membran zeolit nanofiltrasi dengan ukuran partikel awal 200 mesh dengan durasi centrifuge 10 menit selektif terhadap ion nitrat pada volume limbah 25% dan volume aquadest 75%
  - Bekerja pada reaktor *cross flow* dengan *driving force* sebesar 5 atm.
  - Masa kerja membran dalam reaktor 120 menit
2. Kinerja membran zeolit nanofiltrasi sangat baik dan efektif dalam menapis nitrat dan amonium, yaitu :
- a. Permeabilitas membran zeolit tertinggi pada ukuran partikel 200 mesh dengan durasi 10 menit dengan nilai  $6.67 \text{ L/m}^2.\text{jam}$  pada volume limbah 50% dan volume aquadest 50%.
  - b. Permaselektivitas membran zeolit tertinggi dalam menapis nitrat pada ukuran partikel 200 mesh dengan durasi 10 menit dengan nilai 89.26% pada volume limbah 25% dan volume aquadest 75%
  - c. Permaselektivitas membran zeolit tertinggi dalam menapis amonium pada ukuran partikel 40 mesh dengan durasi 10 menit dengan nilai 98.18% pada volume limbah 75% dan volume aquadest 25%

## 5.2. Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan konsentration volume limbah 100%.



## **BIODATA PENULIS**



Penulis dilahirkan di Kota Pahlawan Surabaya Propinsi Jawa Timur, tepatnya pada tanggal 23 Maret 1973, Terlahir sebagai anak ke-3 dari 4 bersaudara. Putera dari Bapak Noer Rasa dan Ibu Mias Lasmiasih. Menempuh pendidikan formal TK RW 13, Surabaya lulus pada tahun 1980, kemudian melanjutkan pendidikan SDN Ngagel Rejo III, Surabaya lulus pada tahun 1986. Melanjutkan pendidikan formal SMP 12, Surabaya lulus pada tahun 1989. SMAN 16 Surabaya lulus pada tahun 1992, kemudian menyelesaikan pendidikan Strata satu di Jurusan KIMIA FMIPA UNAIR dengan gelar S.Si.

Email : [andriono11@mhs.enviro.its.ac.id](mailto:andriono11@mhs.enviro.its.ac.id)



## LAMPIRAN

### 1. Analisis Proses Sintesis Silika pada Zeolit Menggunakan Metode *Alkalifussion*

Metode *alkalifussion* merupakan metode yang sering digunakan untuk ekstraksi silika dari bahan anorganik seperti pasir dan proses *reusing* limbah gelas. Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Mori telah didapatkan silika dengan kemurnian tinggi 99,9% yang berasal dari limbah gelas dengan menggunakan senyawa alkali  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaOH}$ , dan  $\text{KOH}$  (Mori, 2003). Pada tahun 2011 penelitian yang dilakukan oleh Widodo telah mendapatkan kemurnian silika sebesar 99,2 wt% pada rasio 10:90% dengan 4 jam pemanasan yang berasal dari pasir Bancar (Widodo, 2011). Pada penelitian ini digunakan zeolit (Lampiran Gambar.A) dan  $\text{KOH}$  sebagai sumber ion K pada saat proses *alkalifussion* dikarenakan bahan tersebut tidak terlalu membutuhkan konsumsi energi tinggi saat berlangsungnya proses yaitu dengan temperatur pembakaran  $360^\circ\text{C}$ . Sedangkan proses *alkalifussion* dengan menggunakan senyawa alkali karbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) membutuhkan konsumsi energi yang lebih tinggi yaitu sebesar  $1400\text{--}1500^\circ\text{C}$  dan  $\text{NaOH}$  membutuhkan konsumsi energi kalor sebesar  $500^\circ\text{C}$ . Proses *alkalifussion* dengan menggunakan senyawa  $\text{KOH-SiO}_2$  dapat terjadi secara optimal dengan perbandingan  $\text{SiO}_2 \leq 15 \text{ wt\%}$ ,  $\text{KOH} \geq 85 \text{ wt\%}$  dan waktu pemanasan 2 atau lebih dari 2 jam (Mori, 2003). Pada penelitian sebelumnya Widodo telah mendapatkan silika dengan kemurnian dan hasil sintesis optimum pada rasio 10:80 % wt dengan waktu pemanasan selama 4 jam. Sehingga pada penelitian ini digunakan digunakan rasio antara pasir silika dan  $\text{KOH}$  sebesar 12:88 wt% dengan waktu pemanasan selama 4 jam. Penggunaan rasio 12:88 wt% dikarenakan perbedaan antara berat silika yang dihasilkan dari rasio 12:88 wt% dan rasio 10:80 % wt tidak terlalu besar sehingga dapat dilakukan penghematan jumlah  $\text{KOH}$  yang digunakan.



a. Tahap persiapan

Tahapan persiapan yang pertama dilakukan adalah penggerusan zeolit dengan menggunakan alat sederhana yaitu penumbuk batu dan blender. Setelah dilakukan penggerusan, langkah selanjutnya adalah dengan menyaring zeolit hasil penggerusan dengan menggunakan alat saring yang telah ditentukan ukurannya, yaitu 40 mesh dan 200 mesh yang dilakukan di Laboratorium Mekanik Teknik Sipil ITS.

Dalam proses penyaringan untuk mendapatkan ukuran partikel 40 mesh yang ditunjukkan gambar (lampiran Gambar F) dan 200 mesh yang ditunjukkan pada gambar (lampiran Gambar H) dilakukan 4 (empat) tahapan, yaitu pertama dengan alat saring ukuran 40 mesh, kemudian dengan ukuran 60 mesh selanjutnya adalah 100 mesh dan yang terakhir 200 mesh. Partikel Zeolit 40 mesh akan tertahan pada alat saring dengan ukuran 60 mesh, sedangkan yang melewatinya memiliki ukuran di bawah 40 mesh. Pada akhirnya partikel zeolit yang melewati alat saring 200 mesh, akan mendekati ukuran partikel kurang dari sama dengan ukuran partikel 200 mesh.

Setelah proses penggerusan dan penyaringan partikel zeolit dengan ukuran yang diharapkan sudah tercapai yaitu 40 mesh dan 200 mesh. Tahapan berikutnya adalah pencucian dengan HCL 15% dilakukan selama 12 jam. Zeolit yang akan digunakan sebanyak kurang lebih 1 kg. Setelah direndam dengan HCL 15% berikutnya dilakukan pencucian zeolit dengan menggunakan aquades sebanyak 3 sampai dengan 4 kali. Perendaman ini dilakukan untuk melarutkan senyawa-senyawa pengotor selain  $\text{SiO}_2$  dikarenakan karakteristik HCL sebagai asam kuat mampu melarutkan beberapa kandungan senyawa metal yang terdapat pada pasir silika (Widodo, 2011).

b. Tahapan sintesis silika

Tahapan pertama pada sintesis silika yaitu pembentukan kalium silikat ( $\text{K}_2\text{SiO}_3$ ). Pada tahapan ini zeolit dengan ukuran 40 mesh dan 200 mesh dan KOH dengan perbandingan 12:88 wt% diletakkan pada cawan keramik, diaduk secara merata menggunakan spatula). Dalam 1 cawan keramik berisi 10 gram pasir silika dan 73,3 gram KOH. Berikutnya dilakukan pemanasan dengan menggunakan



furnace dengan suhu  $360^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam, proses ini merupakan proses *alkalifussion*. Kemudian sampel didinginkan sehingga terbentuk larutan kalium silikat.

Tahap kedua yaitu pembentukan Silicic acid ( $\text{Si}(\text{OH})_4$ ) pada masing-masing ukuran 40 mesh dan 200 mesh yang diawali dengan pembentukan larutan potassium silikat. Pembentukan larutan potassium silikat dilakukan dengan cara melarutkan larutan kalium silikat dengan 1 liter aquades. Hal ini dikarenakan kalium silikat mudah larut dalam aquades ( $\text{H}_2\text{O}$ ) sehingga terbentuk larutan potassium silikat.

Pada saat pembentukan potassium silikat dibutuhkan waktu kurang lebih 24 jam agar unsur metal yang terkandung dalam larutan dapat mengendap sehingga didapatkan larutan potassium silikat murni. Waktu pemanasan akan mempengaruhi banyaknya larutan potassium silikat yang terbentuk, semakin lama waktu pemanasan maka semakin banyak larutan potassium silikat yang terbentuk. Setelah dilakukan proses pengendapan unsur metal pada larutan potassium silikat selama 24 jam terlihat adanya endapan putih di dasar larutan. Endapan tersebut merupakan campuran metal hidroksida yang terdapat pada zeolit. Endapan tersebut terbentuk dikarenakan kalium silikat yang dihasilkan merupakan basa kuat, sedangkan unsur-unsur metal yang terdapat pada larutan tidak dapat larut dalam basa kuat (Mori, 2003).

Endapan metal pada larutan potassium silikat dibuang kemudian dilakukan titrasi dengan menggunakan larutan HCl pekat hingga pH larutan 1-2. Titrasi dilakukan sambil dilakukan pemanasan pada larutan hingga suhunya mencapai  $50^{\circ}\text{C}$ . Titrasi dengan larutan asam kuat akan melarutkan unsur-unsur selain Si seperti Na, Al, Ca, Ti, dan Cu (Mori, 2003). Silica acid merupakan gel putih yang dapat dipisahkan dari  $\text{H}_2\text{O}$  dan kuantitas terbentuknya akan mempengaruhi massa akhir dari silika dioksida yang diperoleh.

Tahap ketiga yaitu tahapan pemurnian silika ( $\text{SiO}_2$ ), dikarenakan pada proses pembentukan *silicic acid* terdapat kristal KCl. Sehingga dilakukan pencucian hasil titrasi dengan aquades beserta penyaringan hingga larutan berubah warna dari kuning menjadi putih. Setelah dilakukan penyaringan dengan kertas saring untuk mendapatkan silika murni ( $\text{SiO}_2$ ) seperti pada gambar (lampiran



Gambar O) dan dioven pada suhu 105°C sampai kering yang proses pengeringannya ditunjukkan pada gambar (lampiran Gambar Q) Silika yang sudah kering dihaluskan kembali dengan menggunakan mortar untuk memperhalus dan memperluas permukaan silika.

Pada penelitian ini didapatkan silika sebanyak 8,00 gr dengan metode *alkalifussion* menggunakan zeolit 10 gr pada setiap satu kali proses sintesis. Silika yang didapatkan sebanyak 80% massa total zeolit yang digunakan. Sedangkan pada penelitian yang dilakukan oleh Widodo (2011) dihasilkan silika sebanyak 71,2% dari massa total silika yang digunakan.

## **2. Pembuatan Membran**

### **Alat dan Bahan**

Alat-alat yang akan digunakan dalam pembuatan membran adalah:

- Beaker glass 100 ml
- Sentrifuge
- Spatula
- Magnetic stirrer
- Cawan petri

Bahan yang akan digunakan dalam pembuatan membran adalah:

- Zeolit
- 2-propanol
- $\text{NH}_4\text{Cl}$
- Aquades (air deionisasi)
- PEG
- Oven

### **Prosedur Pembuatan Membran**

1. Menentukan ukuran partikel zeolit  
Variasi ukuran partikel dengan cara penyaringan menggunakan saringan yang memiliki ukuran partikel 0.425 ; 0.075  $\mu\text{m}$  .
2. Menentukan durasi proses centrifuge suspensi zeolit



Variasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah durasi proses centrifuge yaitu masing-masing 10 ; 20 menit dengan kecepatan yang sama 600 rpm yang dicampurkan dengan 35 ml 2-propanol. Campuran tersebut dimasukkan ke dalam botol 100 ml kemudian di sentrifuge. Selanjutnya, campuran tersebut ditambahkan 3, 5 gram  $\text{NH}_4\text{Cl}$  sebagai surfaktan kationik yang telah dilarutkan dalam 300 ml aquades. Campuran tersebut kemudian diaduk dengan magnetic stirrer selama 1 jam agar terbentuk pori membran yang berukuran nano (Chowdhury dkk, 2006).

Proses pencetakan membran diawali dengan menambahkan, 5 ml PEG, dan ke dalam campuran. Selanjutnya membran dicetak menggunakan cawan petri dan dijemur di bawah sinar matahari sampai kering selama 30 jam. Membran dioven pada suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 1 jam untuk memperkuat struktur membran dan tidak mudah sobek.

### **3. Analisa Permeat**

#### **a. Analisa Nitrat dengan Metode Brucin Asetat**

##### **Alat dan Bahan**

- Erlenmeyer 50 ml 2 buah
- Spektrofotometer dan kuvet
- Pipet 10 ml dan 5 ml
- Larutan Brucin Asetat
- Larutan Asam Sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) pekat

##### **Prosedur Percobaan :**

- Isi masing-masing 2 buah Erlenmeyer 50 ml dengan sampel air (permeat) dan aquades (sebagai blanko) sebanyak 2 ml.
- Tambahkan 2 ml larutan Brucin Asetat.
- Tambahkan 4 ml larutan Asam Sulfat pekat.
- Aduk dan biarkan selama 10 menit.
- Baca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang  $400\text{ }\mu\text{m}$ .
- Absorbansi dari hasil pembacaan, dibaca pada hasil kalibrasi atau kurva kalibrasi.

#### **b. Analisa Amonium dengan Metode Nessler**



#### Alat dan Bahan

- Spektrofotometer dan kuvet
- Erlenmeyer 100 ml 2 buah
- Pipet 25 ml, 10 ml, 5 ml
- Larutan Nessler
- Larutan Garam Signet

#### Prosedur Percobaan

- Isi masing-masing 2 buah Erlenmeyer 100 ml dengan air sampel (permeat) dan aquades (sebagai blanko) sebanyak 25 ml.
- Tambahkan 1 ml larutan Nessler
- Tambahkan 1, 25 ml larutan Garam Signet
- Aduk dan biarkan 10 menit
- Baca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 400  $\mu\text{m}$ .
- Absorbansi dari hasil pembacaan, dibaca pada hasil kalibrasi atau kurva kalibrasi.

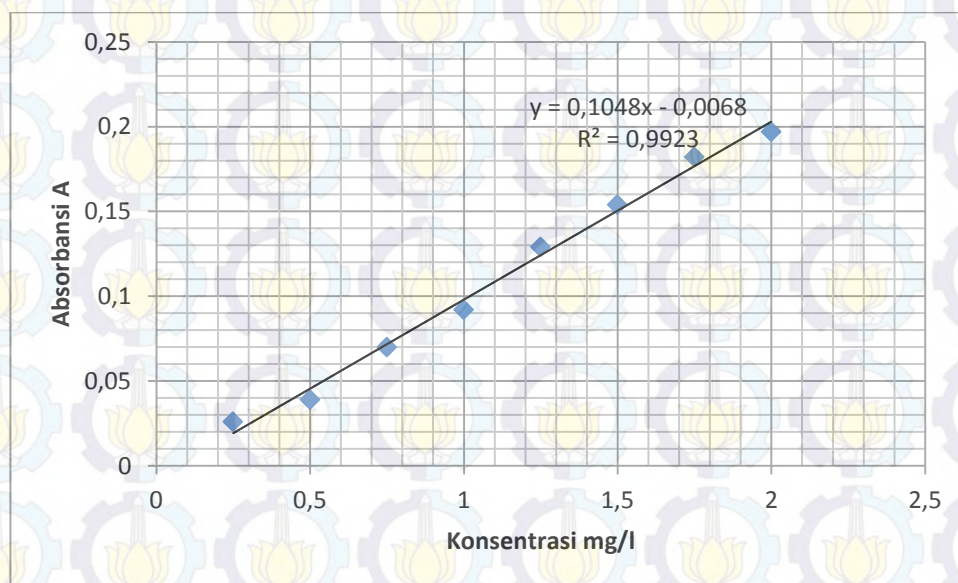


**Tabel 4a.** Data Kalibrasi Nitrat

Konsentrasi (mg/l)	Absorbansi (A)
0.25	0.026
0.5	0.039
0.75	0.07
1	0.092
1.25	0.129
1.5	0.154
1.75	0.182
2	0.197

Sumber: Hasil Penelitian

Setelah didapatkan data kalibrasi nitrat, kemudian data tersebut diplotkan ke dalam kurva. Kurva kalibrasi nitrat dapat dilihat pada gambar berikut ini:



**Gambar 4.32** Kurva Kalibrasi Nitrat

Nilai absorbansi yang didapat setelah dibaca di spektrofotometer dimasukkan ke dalam rumus persamaan kalibrasi sebagai berikut:

$$y = 0,104x - 006 \dots\dots\dots (4.1)$$

dengan :

y = nilai absorbansi nitrat (A)

x = konsentrasi nitrat (mg/l)

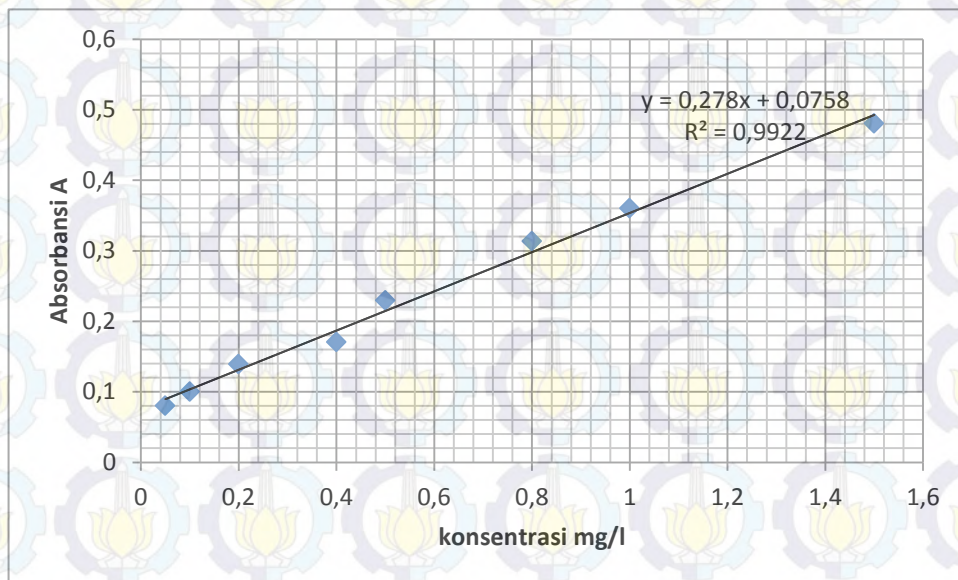


**Tabel. 4b.** Data Kalibrasi Amonium

Konsentrasi (mg/l)	Absorbansi (A)
0.05	0.080
0.10	0.100
0.20	0.139
0.40	0.170
0.50	0.229
0.80	0.313
1.00	0.360
1.50	0.480

Sumber: Hasil Penelitian

Setelah didapatkan data kalibrasi amonium, kemudian data tersebut diplotkan ke dalam kurva. Kurva kalibrasi amonium dapat dilihat pada gambar berikut ini:



**Gambar 4.33** Kurva Kalibrasi Amonium

Nilai absorbansi yang didapat setelah dibaca di spektrofotometer dimasukkan ke dalam rumus persamaan kalibrasi sebagai berikut:

$$y = 0.278x + 0.075 \dots \dots \dots (4.2)$$

y = nilai absorbansi amonium (A)

x = konsentrasi nitrat (mg/l)



#### **4. Pengujian Struktur Membran**

Pengujian struktur membran dilakukan dengan menggunakan peralatan FTIR di Laboratorium Teknik Metalurgi ITS. Pengujian struktur dilakukan secara spektrofotometri FTIR. Membran yang akan dianalisis harus berbentuk serbuk dan dicampur dengan KBr. Serbuk sampel yang dicampur dengan KBr akan terbentuk pellet.

#### **6. Analisa Morfologi Membran**

Morfologi membran dianalisa dengan menggunakan peralatan SEM di Laboratorium Teknik Metalurgi ITS. Analisa SEM dilakukan untuk membran yang memiliki kinerja terbaik. Membran yang sudah kering dibekukan dengan nitrogen cair. Membran yang sudah beku dipatahkan dan ditempelkan pada holder. Membran dilapisi emas dan dimasukkan ke dalam chamber. Selanjutnya membran dipotret pada bagian permukaan dan penampang melintang membran.

#### **7. Analisis Pembuatan Membran**

Tahap pertama dalam pembuatan membran yaitu dengan menimbang silika dengan massa 2 gram pada masing-masing ukuran 40 mesh untuk waktu centrifuge 10 menit dan 20 menit. Demikian juga pada ukuran 200 mesh untuk waktu centrifuge 10 menit dan 20 menit. Variasi ukuran silika serta variasi lama waktu centrifuge pada masing-masing ukuran tersebut digunakan untuk mengetahui hasil proses yang optimum untuk rejeksi amonium dan nitrat pada sampel limbah cair produksi tahu yang digunakan. Selanjutnya ditambahkan larutan 2-propanol sebanyak 35 ml pada masing-masing perlakuan. Penambahan 2-propanol berfungsi untuk melarutkan silika. Berikutnya dilakukan proses centrifuge selama 10 menit dan 20 menit dengan kecepatan 600 rpm hal ini dilakukan dengan tujuan untuk meratakan distribusi partikel silika membran. Distribusi partikel dengan memisahkan fasa padatan dan cairan dalam sampel merupakan tahapan penting untuk mendapatkan partikel dengan homogenitas tinggi. Kecepatan sentrifuge akan mempengaruhi kepadatan membran. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Fatmasari (2012) kecepatan sentrifuge yang optimal yaitu 600 rpm.



Tahap berikutnya yaitu dilakukan penambahan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  sebanyak 3,5 gram yang telah dilarutkan dengan 300 ml aquades.  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ditambahkan untuk mencegah tumbuhnya mikroba pada membran yang akan dibuat. Silika beserta  $\text{NH}_4\text{Cl}$  yang telah dilarutkan dengan aquades kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Hal tersebut dilakukan agar terbentuk pori membran yang berukuran nano.

Tahapan terakhir dari pembuatan membran adalah pencetakan. Tahapan pertama dari proses pencetakan adalah penambahan PEG 400 sebanyak 5 ml dan aquades 30 ml pada endapan yang dihasilkan dari pengadukan dengan *magnetic stirrer*. Semen ditambahkan karena semen berfungsi sebagai bahan pengikat (binder) serbuk silika. PEG berfungsi untuk pembentukan dan penyeragaman pori-pori membran (Yang dkk., 2001). Aquades berfungsi untuk membentuk permukaan membran yang halus dan rapat.

Tahap berikutnya dari pencetakan membran yaitu proses pencetakan dengan menggunakan cawan petri kemudian dikeringkan dengan cara diangin-anginkan 30 jam. Hal ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan air yang ada pada membran. Setelah 30 jam membran yang agak kering di oven pada suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Ditunjukkan pada gambar (lampiran T).



## LAMPIRAN GAMBAR

Lampiran Gambar. A. Zeolit Alam.



Lampiran Gambar. B. Alat Penggerus batu dan Blender.





Lampiran Gambar. C. Zeolit sebelum dan sesudah digerus.



Lampiran Gambar. D. Alat Pengayak/Penyaring manual beserta hasil ayakan.





Lampiran Gambar. E. Ayakan ukuran 40 mesh



Lampiran Gambar. F. Hasil ayakan Zeolit 40 mesh





Lampiran Gambar. G. Ayakan ukuran 200 mesh.



Lampiran Gambar H. Hasil ayakan ukuran 200 mesh





Lampiran Gambar. I. Partikel Zeolit hasil proses pengeringan setelah perendaman dengan HCl 15%.

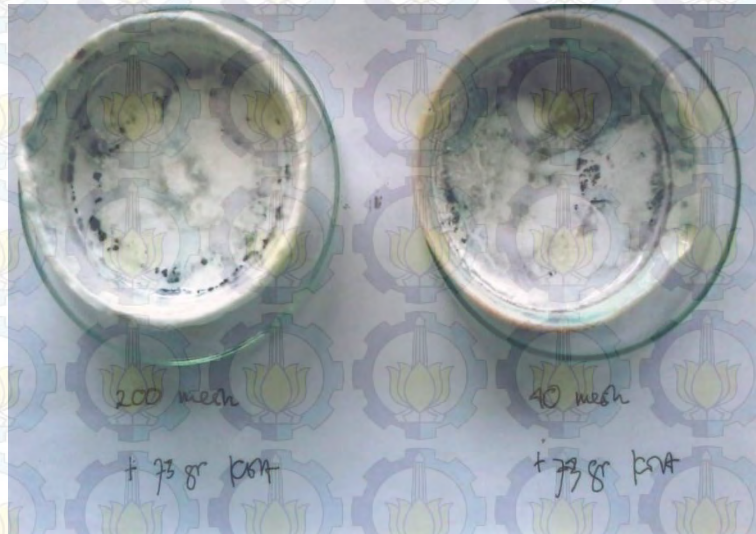


Lampiran Gambar. J. Partikel Zeolit 40 mesh dan 200 mesh dengan penambahan KOH sebelum difurnace selama 4 jam pada suhu 360°C





Lampiran Gambar. K. Hasil proses pembentukan larutan kalium silikat pada partikel 40 mesh dan 200 mesh setelah difurnace selama 4 jam pada suhu  $360^{\circ}\text{C}$ .



Lampiran Gambar. L. Larutan Kalium Silikat dengan endapan metal hidroksida pada partikel zeolit 40 mesh dan 200 mesh.





Lampiran Gambar M. Proses titrasi HCl 37% dengan pemanasan suhu 50°C.



Lampiran Gambar N. Endapan/gel Silika Acid yang terbentuk.





Lampiran Gambar. O. Penyaringan Gel Silika Acid.



Lampiran Gambar. P. Gel Silika Acid





Lampiran Gambar. Q. Gel Silika Acid setelah pengeringan pada oven suhu 105°C selama 1 jam.



Lampiran Gambar. R. Alat centrifuge dan hasil proses centrifuge selama 10' dan 20'

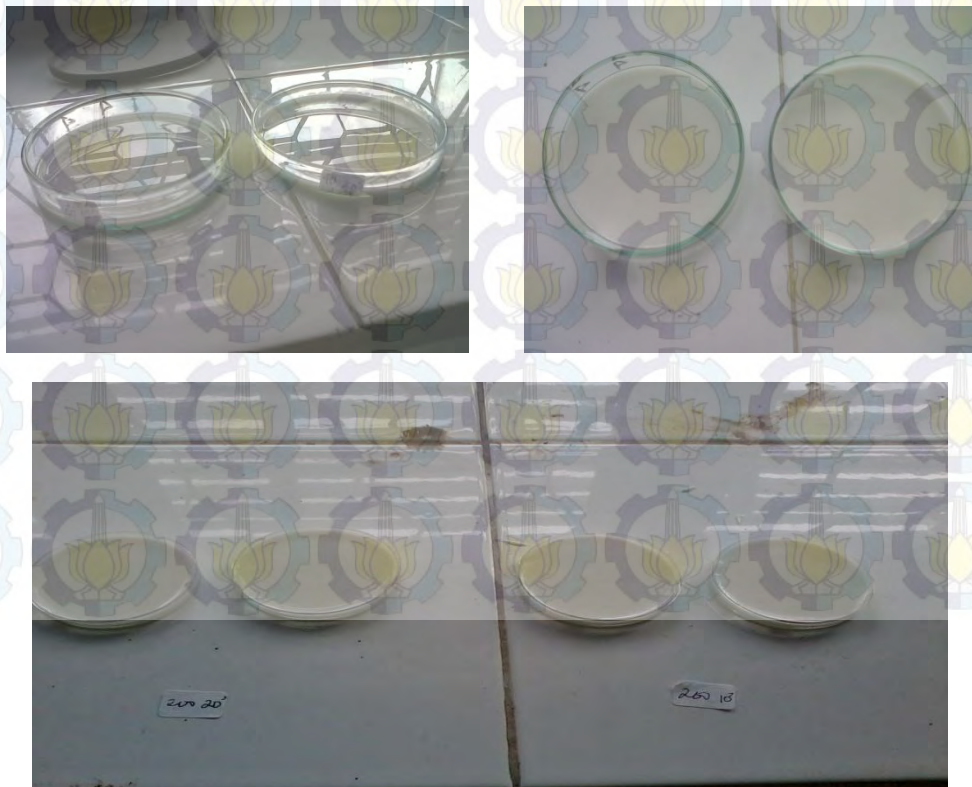




Lampiran Gambar S. Proses pengadukan dengan *magnet stirrer*.

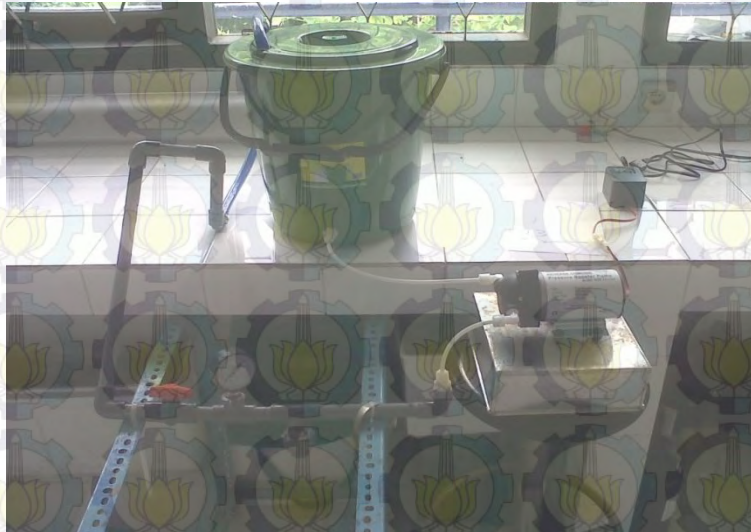


Lampiran Gambar T. Proses pencetakan dan pengeringan membran.





Lampiran Gambar U. Reaktor *cross flow*



Lampiran Gambar. V. Presure Gauge dan valve pengatur tekanan.





Lampiran Gambar. W. Perbandingan antara sampel dengan permeat.



Lampiran Gambar X. Pengukuran absorbansi dengan Spektrofotometer.





Lampiran Gambar. Y. Alat SEM di Laboratorium Energi ITS type EVO/MA10

